



**Norme
internationale**

ISO 14720-2

**Analyse des matériaux
céramiques — Dosage du soufre
dans les produits et les matières
premières céramiques non
oxydes —**

**Partie 2:
Spectrométrie d'émission optique
par plasma à couplage inductif (ICP-
OES) ou chromatographie ionique
(IC) après combustion dans le
courant d'oxygène**

Testing of ceramic materials — Determination of sulfur in non-oxidic ceramic raw materials and ceramic materials —

Part 2: Inductively coupled plasma optical emission spectrometry (ICP-OES) or ion chromatography (IC) after burning in the oxygen flow

**Deuxième édition
2026-03**

Sample Document

get full document from standards.iteh.ai



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2026

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 401 • Ch. de Blandonnet 8
CH-1214 Vernier, Genève
Tél.: +41 22 749 01 11
E-mail: copyright@iso.org
Web: www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principe	2
5 Interférences	2
5.1 La spectrométrie par plasma à couplage inductif (ICP-OES)	2
5.1.1 Interférences spectrales	2
5.1.2 Interférences physiques	2
5.2 Chromatographie ionique (IC)	3
6 Appareillage	3
7 Réactifs	3
8 Échantillonnage et préparation de l'échantillon	4
9 Préparation	4
9.1 Dispositif de combustion	4
9.2 Oxygène	4
9.3 Spectromètre d'émission optique par plasma à couplage inductif	4
9.4 Chromatographe ionique	4
10 Étalonnage	5
10.1 Spectromètre d'émission optique par plasma à couplage inductif	5
10.2 Chromatographe ionique	5
11 Performance	5
11.1 Détermination de la valeur à blanc	5
11.2 Dosage du soufre	5
12 Calcul et consignation des résultats	6
13 Fidélité	6
13.1 Répétabilité	6
13.2 Reproductibilité	6
14 Rapport d'essai	7
Annexe A (informative) Exemple de dispositif de combustion	8
Annexe B (informative) Exemple de paramètres opérationnels appropriés pour le dosage du soufre par chromatographie ionique	9
Annexe C (informative) Exemple de paramètres opérationnels appropriés pour le dosage du soufre par spectromètre d'émission optique par plasma à couplage inductif	10
Annexe D (informative) Résultats de l'essai interlaboratoires	11
Annexe E (informative) Informations relatives à la validation de l'incertitude de la valeur moyenne	14
Annexe F (informative) Matériaux de référence certifiés commerciaux (MRC)	15
Bibliographie	16

Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

L'attention est attirée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la nature volontaire des normes, la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: www.iso.org/iso/fr/avant-propos.

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 33, Matériaux réfractaires, en collaboration avec le comité technique CEN/TC 187, Produits et matériaux réfractaires du Comité Européen de Normalisation (CEN), conformément aux accords sur la coopération technique entre l'ISO et le CEN (Accord de Vienne).

Cette seconde édition annule et remplace la première édition (ISO 14720-2:2013), qui a fait l'objet d'une révision technique.

Les principales modifications par rapport à l'édition précédente sont les suivantes:

- le titre du document est révisé afin de mieux décrire le champ d'application;
- [l'Article 1](#) est modifié avec le nouveau titre;
- des informations complémentaires sur les raies d'émission appropriées du soufre sont ajoutées dans la sous-partie [9.3](#);
- les NOTES sont transférées dans le paragraphe normatif dans les parties [9.3](#), [9.4](#), [11.1](#) et [11.2](#);
- des informations complémentaires sur la mesure de blanc sont ajoutés dans la sous-partie [11.1](#);
- l'erreur en [11.2](#) concernant l'extraction de résidu après combustion décrite dans la procédure d'analyse a été corrigée;
- les symboles des variables présentes dans [l'Article 12](#) ont été révisées conformément aux exigences de l'ISO/IEC.

Une liste de toutes les parties de la série ISO 10059 se trouve sur le site web de l'ISO.

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse www.iso.org/fr/members.html.

Analyse des matériaux céramiques — Dosage du soufre dans les produits et les matières premières céramiques non oxydes —

Partie 2:

Spectrométrie d'émission optique par plasma à couplage inductif (ICP-OES) ou chromatographie ionique (IC) après combustion dans le courant d'oxygène

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 14720 définit une méthode de dosage du soufre dans des produits et des matières premières céramiques non oxydes, qui sont complètement oxydés à haute température dans une atmosphère d'oxygène, par exemple des matériaux carbonés et des matériaux de graphite.

Pour les matériaux qui ne peuvent être complètement oxydés dans ces conditions, il est possible de doser le soufre qui peut être libéré dans ces conditions, par exemple le soufre adhérent.

La présente partie de l'ISO 14720 est applicable aux matériaux dont la fraction massique de soufre est $\leq 10\%$ et dont la fraction massique de cendres est $< 20\%$. La méthode définie est limitée aux matériaux dont la fraction massique de baryum est $< 10\text{ mg/kg}$ parce que le soufre lié dans le sulfate de baryum ne peut pas être détecté par cette méthode.

Pour ce qui est de la limite de détection inférieure, une fraction massique de soufre de $0,5\text{ mg/kg}$ dans le cas de la spectrométrie d'émission optique par plasma à couplage inductif (ICP-OES) et de 5 mg/kg dans le cas de la chromatographie ionique (IC) doit être considérée comme la valeur recommandée pour cette méthode.

2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 10304-1, *Qualité de l'eau — Dosage des anions dissous par chromatographie des ions en phase liquide — Partie 1: Dosage du bromure, chlorure, fluorure, nitrate, nitrite, phosphate et sulfate*

ISO 11885, *Qualité de l'eau — Dosage d'éléments choisis par spectroscopie d'émission optique avec plasma induit par haute fréquence (ICP-OES)*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <https://www.iso.org/obp/>
- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <https://www.electropedia.org/>

3.1

teneur en soufre

fraction massique de soufre inorganique et organique lié

4 Principe

L'échantillon sec, placé dans un creuset en porcelaine, est oxydé dans un courant d'oxygène à la température de 1 100 °C. Les oxydes de soufre libérés sont absorbés dans une solution d'hydroxyde de sodium et de peroxyde d'hydrogène. Si le matériau échantillon contient du sulfate de calcium, la matière résiduelle (cendres) est dissoute et combinée au liquide d'absorption. La concentration en soufre de la solution échantillon est déterminée par spectrométrie d'émission optique par plasma à couplage inductif (ICP-OES) conformément à l'ISO 11885 ou par chromatographie ionique (IC), sous forme de sulfate, conformément à l'ISO 10304-1.

5 Interférences

5.1 La spectrométrie par plasma à couplage inductif (ICP-OES)

5.1.1 Interférences spectrales

La compensation des interférences spectrales s'effectue conformément aux instructions du fabricant du spectromètre.

NOTE 1 Les interférences spectrales peuvent être causées par:

- a) chevauchement avec la raie d'émission d'un autre élément;
- b) chevauchement avec des bandes moléculaires;
- c) bruit de fond non spécifique (par exemple dispersion, recombinaisons).

Le chevauchement des raies peut être compensé par correction arithmétique des données brutes, le cas échéant.

Les facteurs de correction sont déterminés en mesurant au moins une raie d'émission supplémentaire, non perturbée, de l'élément interférent et en étudiant la relation entre l'intensité de cette raie d'émission et l'intensité de la raie d'émission qui interfère avec l'analyte.

En cas d'interférence avec des bandes moléculaires, il faut choisir une autre raie d'émission.

NOTE 2 Un bruit de fond non spécifique se compense, normalement, en mesurant le signal de fond autour de la raie d'émission de l'analyte.

5.1.2 Interférences physiques

Des mesures appropriées doivent être prises pour compenser les interférences physiques.

NOTE Les interférences physiques sont des interférences soit dues au plasma, soit liées au transport. Les deux types d'interférences ont pour origine une différence de comportement entre la solution d'étalonnage et la solution échantillon en raison de leur composition chimique différente. Les interférences dues au plasma ont pour origine des modifications des conditions du plasma, par exemple la distribution de la température et la densité électronique, qui modifient les conditions d'excitation des raies d'émission. Les interférences liées au transport ont pour origine des différences de caractéristiques physiques, principalement la densité, la viscosité et la tension superficielle, entre la solution d'étalonnage et la solution échantillon.

On peut réduire certaines des interférences liées au transport en utilisant des pompes (péristaltiques) appropriées. Les interférences dues au plasma, comme les interférences liées au transport, peuvent être réduites de manière significative en utilisant les raies de référence d'un élément de référence présent en concentration identique dans la solution d'étalonnage et dans la solution échantillon (étalon interne). D'autres solutions consistent à faire en sorte que la composition chimique de la solution d'étalonnage et

celle de la solution échantillon soient aussi similaires que possible (correspondance matricielle) ou à utiliser un mode opératoire d'ajout dosé ou un mode opératoire d'étalonnage par ajout dosé à la place du mode opératoire d'étalonnage normalisé.

5.2 Chromatographie ionique (IC)

Des mesures appropriées doivent être prises pour éviter les interférences croisées d'anions supplémentaires.

NOTE La présence d'anions chlorures, bromures, fluorures, nitrites, nitrates, formiates et acétates dans le liquide d'absorption peut être à l'origine d'interférences croisées. L'utilisation des paramètres chromatographiques donnés à l'[Annexe B](#) permet normalement de séparer complètement le signal correspondant au sulfate des signaux correspondant aux autres anions.

6 Appareillage

6.1 Dispositif de combustion, réglable à la température de $(1\,100 \pm 20)^\circ\text{C}$, adapté pour l'oxydation de l'échantillon dans un courant d'oxygène et pour l'absorption complète des gaz de la réaction.

NOTE Un exemple de dispositif approprié est donné à [Figure A.1](#).

6.2 Creuset en porcelaine, non émaillé.

6.3 Flacons de lavage de gaz, de type normalisé, ayant un volume nominal de 100 ml, remplis de 25 ml de solution d'absorption ([7.6](#)) (voir [Figure A.1](#)).

6.4 Adaptateur de filtration, avec une membrane filtrante de $0,45\,\mu\text{m}$ de porosité, pouvant être connecté à la sortie de la seringue jetable ([6.5](#)).

6.5 Seringue jetable, d'un volume nominal de 5 ml.

6.6 Bain à ultrasons, de préférence d'un volume $\geq 1\,\text{l}$ et de puissance ultrasonique $\geq 150\,\text{W}$.

6.7 Spectromètre d'émission optique par plasma à couplage inductif, spectromètre séquentiel ou simultané avec une limite de longueur d'onde inférieure d'au moins 180 nm.

6.8 Chromatographe ionique avec une colonne pour les anions et un détecteur de conductivité, si possible avec suppresseur.

7 Réactifs

7.1 Généralités: Des réactifs de qualité analytique connue doivent être utilisés, sous réserve de s'être assuré auparavant que le réactif est d'un niveau de pureté suffisamment élevé pour pouvoir être utilisé sans diminuer la précision du dosage.

7.2 Solution de peroxyde d'hydrogène, H_2O_2 , $w(\text{H}_2\text{O}_2) = 30\,\%$.

7.3 Solution d'hydroxyde de sodium, NaOH , $c(\text{NaOH}) = 0,001\,\text{mol/l}$.

7.4 Acide chlorhydrique, HCl , $w(\text{HCl}) = 18\,\%$.

7.5 Eau ultrapure, avec une résistance spécifique de $18\,\text{M}\Omega \cdot \text{cm}$ (à 25°C).

7.6 Solution d'absorption, solution d'hydroxyde de sodium ([7.3](#)) et solution de peroxyde d'hydrogène ([7.2](#)) mélangées dans un rapport 9:1.