



Norme
internationale

ISO 17947-1

**Céramiques techniques — Méthodes
pour l'analyse chimique de poudres
de nitrure de silicium —**

**Partie 1:
Méthodes chimiques par voie
humide, fluorescence de rayons
X (XRF) utilisant la méthode
de la perle fondue, extraction à
chaud sous gaz vecteur (CGHE) et
méthodes de combustion**

*Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical
ceramics) — Methods for chemical analysis of silicon nitride
powders —*

*Part 1: Wet chemical methods, X-ray fluorescence (XRF) using the
fused cast-bead method, carrier-gas hot extraction (CGHE) and
combustion methods*

**Première édition
2026-10**

Sample Document

get full document from standards.iteh.ai



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2026

Tous droits réservés.

La présente publication de l'ISO est protégée par le droit d'auteur et demeure la propriété de l'ISO et/ou de ses concédants de licence.

Le contenu de la présente publication de l'ISO est fourni sous licence, et n'est pas vendu. Son utilisation est soumise aux conditions de licence applicables définies par l'ISO, un organisme membre de l'ISO, ou un distributeur tiers agréé.

Sous réserve des besoins liés à sa mise en œuvre ou d'une autorisation expresse prévue aux termes d'une licence distincte, aucune partie de la présente publication de l'ISO ne peut être reproduite, distribuée, modifiée, utilisée ou mise à disposition sous quelque forme ou par quelque moyen que ce soit – électronique ou mécanique, y compris la photocopie, la numérisation, l'enregistrement ou la publication sur des plateformes numériques internes ou externes.

Toute utilisation hors du champ d'application des droits accordés est interdite et peut donner lieu à des poursuites judiciaires.

ISO copyright office

Case postale 401 • 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	v
Introduction	vi
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	2
4 Analytes et plages	2
5 Préparation de l'échantillon d'essai	2
5.1 Généralités	2
5.2 Échantillonnage	2
5.3 Séchage	2
5.4 Pesage	3
6 Appareillage et réactifs	3
7 Essai à blanc	3
8 Détermination de la teneur en silicium	3
8.1 Classification des méthodes de détermination	3
8.2 Fusion – séparation par déshydratation/insolubilisation – gravimétrie et ICP-OES	3
8.2.1 Principe	3
8.2.2 Réactifs	3
8.2.3 Appareillage et instruments	4
8.2.4 Mode opératoire	4
8.2.5 Essai à blanc	5
8.2.6 Étalonnage	5
8.2.7 Calcul	5
8.3 Fluorescence de rayons X (XRF) utilisant la méthode de la perle fondue	6
9 Détermination de la teneur en azote	6
9.1 Classification des méthodes de détermination	6
9.2 Méthode par décomposition en milieu acide sous pression – séparation par distillation – titrage acidimétrique	6
9.2.1 Principe	6
9.2.2 Réactifs	6
9.2.3 Appareillage	7
9.2.4 Mode opératoire	10
9.2.5 Mesurage du taux de récupération	11
9.2.6 Calcul	11
9.3 Méthode par fusion sous gaz inerte – conductivité thermique	11
9.4 Méthode par fusion – séparation de l'ammoniac – titrage acidimétrique	14
10 Détermination des teneurs en aluminium, en fer et en calcium	14
10.1 Principe	14
10.2 Réactifs	14
10.3 Appareillage	14
10.4 Mode opératoire	15
10.5 Essai à blanc	15
10.6 Étalonnage	15
10.7 Calcul	16
11 Détermination de la teneur en oxygène	16
11.1 Principe	16
11.2 Réactifs	16
11.3 Appareillage	16
11.4 Instrument	17
11.5 Mode opératoire	17

11.6	Essai à blanc.....	17
11.7	Calcul du coefficient d'étalonnage.....	17
11.8	Calcul.....	18
12	Détermination de la teneur en carbone.....	18
12.1	Classification des méthodes de détermination.....	18
12.2	Spectrométrie d'absorption infrarouge (IR) après combustion (four à induction).....	18
12.2.1	Principe.....	18
12.2.2	Réactifs.....	18
12.2.3	Appareillage.....	18
12.2.4	Instrument.....	18
12.2.5	Mode opératoire.....	19
12.2.6	Essai à blanc.....	19
12.2.7	Calcul du coefficient d'étalonnage.....	19
12.2.8	Calcul.....	20
12.3	Coulométrie après combustion (four à résistance).....	20
12.4	Conductivité thermique après combustion (four à résistance).....	20
13	Détermination des teneurs en fluor et en chlore.....	21
13.1	Principe.....	21
13.2	Réactifs.....	21
13.3	Appareillage.....	21
13.4	Mode opératoire.....	22
13.4.1	Extraction du fluor et du chlore de l'échantillon.....	22
13.4.2	Détermination des teneurs en fluor et en chlore.....	22
13.5	Essai à blanc.....	23
13.6	Étalonnage.....	23
13.7	Calcul.....	23
14	Consignation des valeurs analytiques.....	24
14.1	Nombre d'analyses.....	24
14.2	Évaluation des valeurs analytiques.....	24
14.3	Expression des valeurs analytiques.....	24
15	Rapport d'essai.....	24
Annexe A (informative)	Liste des matériaux de référence certifiés disponibles dans le commerce.....	25
Annexe B (informative)	Résultats analytiques obtenus lors d'un essai comparatif interlaboratoires.....	26
Annexe C (informative)	Raies spectrales pour l'ICP-OES.....	31
Bibliographie		32

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'ISO attire l'attention sur le fait que la mise en application du présent document peut entraîner l'utilisation d'un ou de plusieurs brevets. L'ISO ne prend pas position quant à la preuve, à la validité et à l'applicabilité de tout droit de brevet revendiqué à cet égard. À la date de publication du présent document, l'ISO n'avait pas reçu notification qu'un ou plusieurs brevets pouvaient être nécessaires à sa mise en application. Toutefois, il y a lieu d'avertir les responsables de la mise en application du présent document que des informations plus récentes sont susceptibles de figurer dans la base de données de brevets, disponible à l'adresse www.iso.org/brevets. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié tout ou partie de tels droits de brevet.

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 www.iso.org/avant-propos.

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 206, *Céramiques techniques*, en collaboration avec le comité technique CEN/TC 184, *Céramiques techniques avancées*, du Comité européen de normalisation (CEN), conformément à l'Accord de coopération technique entre l'ISO et le CEN (Accord de Vienne).

Cette première édition de l'ISO 17947-1 annule et remplace l'ISO 17947:2014, qui a fait l'objet d'une révision technique.

Une liste de toutes les parties de la série ISO 17947 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.

Introduction

Le présent document a été élaboré à partir de la norme industrielle japonaise JIS R 1603:2007^[1] et en se référant à la CEN ENV 14226:2002^[2] ainsi qu'à l'ASTM C1494-01:2007^[3]; elle s'applique à l'analyse chimique des poudres brutes de nitrure de silicium utilisées dans les céramiques techniques. Le présent document traite des constituants majeurs comme des constituants mineurs, tels que le silicium, l'azote et certains éléments traces métalliques et non métalliques.

Sample Document

get full document from standards.iteh.ai

Céramiques techniques — Méthodes pour l'analyse chimique de poudres de nitrure de silicium —

Partie 1:

Méthodes chimiques par voie humide, fluorescence de rayons X (XRF) utilisant la méthode de la perle fondue, extraction à chaud sous gaz vecteur (CGHE) et méthodes de combustion

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie les méthodes de détermination des teneurs en silicium, azote, aluminium, fer, calcium, oxygène, carbone, fluor et chlore dans les poudres de nitrure de silicium.

Le présent document est applicable à l'analyse chimique des poudres de nitrure de silicium utilisées comme matière première pour les céramiques techniques.

2 Références normatives

Les documents suivants sont cités dans le texte de sorte qu'ils constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences 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 2828, *Oxyde d'aluminium principalement utilisé pour la production de l'aluminium — Dosage du fluor — Méthode spectrophotométrique au complexone d'alizarine et chlorure de lanthane*

ISO 3696, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai*

ISO 6353-1, *Réactifs pour analyse chimique — Partie 1: Méthodes générales d'essai*

ISO 6353-2, *Réactifs pour analyse chimique — Partie 2: Spécifications — Première série*

ISO 6353-3, *Réactifs pour analyse chimique — Partie 3: Spécifications — Deuxième série*

ISO 8656-1, *Produits réfractaires — Échantillonnage des matières premières et des matériaux non façonnés préparés — Partie 1: Schéma d'échantillonnage*

ISO 21068-2:2024, *Analyse chimique des matières premières et des produits réfractaires contenant du carbure de silicium, du nitrure de silicium, de l'oxynitrure de silicium et du SiAlON — Partie 2: Dosage des composés volatils, du carbone total, du carbone libre, du carbure de silicium, du silicium total et libre et de la silice libre et superficielle*

ISO 21068-3:2024, *Analyse chimique des matières premières et des produits réfractaires contenant du carbure de silicium, du nitrure de silicium, de l'oxynitrure de silicium et du SiAlON — Partie 3: Dosage de l'azote, de l'oxygène et des constituants métalliques et oxydés*

ISO 21438-2, *Air des lieux de travail — Détermination des acides inorganiques par chromatographie ionique — Partie 2: Acides volatils, sauf acide fluorhydrique (acide chlorhydrique, acide bromhydrique et acide nitrique)*

ISO 21438-3, *Air des lieux de travail — Détermination des acides inorganiques par chromatographie ionique — Partie 3: Acide fluorhydrique et fluorures particuliers*

ISO 26845:2008, *Analyse chimique des matériaux réfractaires — Exigences générales pour les méthodes d'analyse chimique par voie humide, par spectrométrie d'absorption atomique (AAS) et par spectrométrie d'émission atomique avec plasma induit par haute fréquence (ICP-AES)*

3 Termes et définitions

Aucun terme n'est défini dans le présent document.

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/>

4 Analytes et plages

Les analytes et les plages spécifiées dans le présent document doivent être les suivants.

- silicium (Si), plage de 30 % à 70 % (fraction massique);
- azote (N.T), plage de 30 % à 45 % (fraction massique);
- aluminium (Al), plage de 0,001 % à 0,6 % (fraction massique);
- fer (Fe), plage de 0,001 % à 0,6 % (fraction massique);
- calcium (Ca), plage de 0,001 % à 0,03 % (fraction massique);
- oxygène (O), plage de 0,05 % à 5 % (en fraction massique);
- carbone (C), plage de 0,01 % à 6 % (en fraction massique);
- fluor (F), plage de 0,001 % à 0,2 % (en fraction massique);
- chlore (Cl), plage de 0,001 % à 0,2 % (en fraction massique).

NOTE Les résultats d'un essai interlaboratoires réalisé sur trois échantillons de poudre de nitrure de silicium sont répertoriés dans l'[Annexe B](#).

5 Préparation de l'échantillon d'essai

5.1 Généralités

La méthode de préparation des échantillons doit être conforme à l'ISO 8656-1, sauf accord différent conclu entre l'analyste et le client.

5.2 Échantillonnage

L'échantillonnage doit être conforme à l'ISO 8656-1.

5.3 Séchage

Le mode opératoire suivant doit être utilisé: Prélever 10 g environ de l'échantillon, l'introduire dans un vase à peser à fond plat (60 mm × 30 mm) et l'étaler de manière uniforme sur le fond du vase. Placer le vase, sans couvercle, dans une étuve de séchage à (110 ± 5) °C pendant 2 h. Couvrir ensuite et laisser refroidir pendant 1 h dans un dessiccateur (agent déshydratant: perchlorate de magnésium).

5.4 Pesage

La quantité requise d'échantillon doit être pesée à 0,1 mg près à l'aide d'une balance.

6 Appareillage et réactifs

Pour chaque détermination, sauf spécification contraire, l'appareillage courant de laboratoire pour analyses chimiques tel qu'énuméré à l'Article 4 de l'ISO 26845:2008 peut être utilisé. Les réactifs doivent être conformes aux exigences de l'ISO 6353-1, l'ISO 6353-2 et l'ISO 6353-3. Pour chaque détermination, sauf spécification contraire, des réactifs de qualité analytique énumérés à l'Article 5 de l'ISO 26845:2008 doivent être utilisés.

7 Essai à blanc

Un essai à blanc doit être effectué sans l'échantillon en utilisant des quantités de réactifs, des conditions et des modes opératoires identiques du début à la fin de chaque détermination afin de corriger les valeurs analytiques obtenues.

8 Détermination de la teneur en silicium

8.1 Classification des méthodes de détermination

La teneur en silicium doit être déterminée à l'aide de l'une des méthodes indiquées ci-après. Si des résultats d'analyse à quatre chiffres significatifs sont exigés, utiliser la méthode A; pour des résultats à deux ou à trois chiffres significatifs, la méthode B peut être utilisée.

- Méthode A: fusion – séparation par déshydratation/insolubilisation – gravimétrie et spectrométrie d'émission optique à source plasma (ICP-OES).
- Méthode B: Méthode par fluorescence de rayons X (XRF) utilisant la méthode de la perle fondue

8.2 Fusion – séparation par déshydratation/insolubilisation – gravimétrie et ICP-OES

8.2.1 Principe

Faire fondre un échantillon avec un carbonate alcalin; traiter le mélange fondu à l'acide pour obtenir, par filtration, la séparation du silicium en deux fractions: le silicium insoluble et le silicium soluble. La teneur en silicium insoluble est déterminée par gravimétrie, en tant que dioxyde de silicium après calcination du résidu insoluble, tandis que la teneur en silicium soluble est déterminée dans le filtrat par ICP-OES. Leur somme représente la teneur en silicium de l'échantillon.

8.2.2 Réactifs

Utiliser des réactifs de qualité analytique. Conserver les solutions de réactifs dans des flacons en plastique.

8.2.2.1 Eau, de qualité 1 au minimum, telle que spécifiée dans l'ISO 3696.

8.2.2.2 Carbonate de sodium, Na_2CO_3 , anhydre, tel que spécifié dans l'ISO 6353-3 ou de qualité supérieure.

8.2.2.3 Acide chlorhydrique (1+1), (1+4), (1+50), HCl, acide chlorhydrique concentré ($c(\text{HCl}) = 32 \%$, fraction massique) dilué (1+1), (1+4) et (1+50) en volume avec de l'eau ([8.2.2.1](#)).

8.2.2.4 Acide sulfurique (1+1), (1+4), H_2SO_4 , acide sulfurique concentré ($c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 96 \%$, fraction massique) dilué (1+1) et (1+4) en volume avec de l'eau ([8.2.2.1](#)).

8.2.2.5 Cellulose en poudre.

8.2.2.6 Solution de polyéthylène glycol (PEG), $(C_2H_4O)_nH_2O$, fraction massique de 0,05 % de PEG, préparée en dissolvant le PEG solide dans de l'eau (8.2.2.1).

8.2.2.7 Acide fluorhydrique, HF, $c(HF) = 48 \%$, fraction massique.

8.2.3 Appareillage et instruments

L'appareillage et les instruments courants de laboratoire pour analyses chimiques conformément à l'Article 4 de l'ISO 26845:2008 peuvent être utilisés.

8.2.3.1 Coupelle en platine.**8.2.3.2 Creuset en platine.**

8.2.3.3 Brûleur, permettant de chauffer à $1\,100\text{ }^{\circ}\text{C}$.

8.2.3.4 Four à moufle, pouvant être utilisé à $1\,100\text{ }^{\circ}\text{C}$.

8.2.3.5 Balance, d'une précision de 0,1 mg.

8.2.3.6 Spectromètre d'émission optique à source plasma (ICP-OES).

8.2.4 Mode opératoire**8.2.4.1 Généralités**

Le mode opératoire doit être le suivant. Le mode opératoire décrit à l'Article 8 de l'ISO 21068-2:2024 peut être utilisé en variante.

8.2.4.2 Fusion de l'échantillon

Le mode opératoire suivant doit être utilisé: Peser 0,30 g de l'échantillon et 2,0 g de carbonate de sodium anhydre dans une coupelle en platine; mélanger soigneusement. Commencer à chauffer doucement et augmenter la température progressivement jusqu'à $1\,000\text{ }^{\circ}\text{C}$ pour faire fondre l'échantillon entièrement; utiliser pour ce faire un brûleur ou un four à moufle.

8.2.4.3 Séparation du silicium

Le mode opératoire suivant doit être utilisé: Ajouter 20 ml d'acide chlorhydrique (1+1) pour dissoudre le mélange fondu sur une plaque chauffante. À ce stade, le dioxyde de silicium précipite, prenant un aspect gélifié. Il existe deux méthodes de séparation du dioxyde de silicium précipité.

- a) Déshydrater le précipité jusqu'à siccité, en prenant les précautions nécessaires pour éviter les projections; ajouter 5 ml d'acide chlorhydrique (1+1) et 20 ml d'eau pour dissoudre les composants solubles dans l'acide chlorhydrique du précipité. Filtrer le précipité au moyen d'un papier filtre, le laver plusieurs fois à l'acide chlorhydrique chaud (1+50) et, ensuite, à l'eau chaude le nombre de fois nécessaire pour qu'il ne contienne plus de sel. Recueillir le filtrat et les liquides de lavage ensemble dans un ballon jaugé et diluer au volume avec de l'eau. Conserver ce précipité en vue de la détermination de la teneur en silicium insoluble par gravimétrie, d'une part, et la solution en vue de la détermination de la teneur en silicium soluble par ICP-OES, d'autre part.
- b) Après la formation du dioxyde de silicium gélifié, ajouter 0,05 g de cellulose en poudre et 10 ml de solution de PEG (8.2.2.6) afin d'agglomérer le dioxyde de silicium pour en faciliter la filtration. Filtrer et laver à l'aide du mode opératoire décrit en a); conserver ensuite ce précipité en vue de la détermination

de la teneur en silicium insoluble par gravimétrie, d'une part, et la solution en vue de la détermination de la teneur en silicium soluble par ICP-OES, d'autre part.

8.2.4.4 Gravimétrie pour le silicium insoluble

Le mode opératoire suivant doit être utilisé: Transférer le papier filtre contenant le précipité dans un creuset en platine. Chauffer lentement le creuset en platine à l'aide d'un brûleur (8.2.3.3) ou d'un four à moufle (8.2.3.4) jusqu'à incinération complète du papier filtre, puis calciner le résidu à 1 100 °C. Placer le creuset en platine dans un dessiccateur pour refroidir à température ambiante. Peser le creuset en platine. Humidifier le résidu dans le creuset en platine avec quelques gouttes d'eau (8.2.2.1) et d'acide sulfurique (1+1) (8.2.2.4) et ajouter 10 ml d'acide fluorhydrique (8.2.2.7). Évaporer ensuite jusqu'à siccité sur une plaque chauffante pour éliminer tout le dioxyde de silicium, calciner le résidu à 1 100 °C à l'aide d'un brûleur ou dans un four à moufle et placer le creuset en platine dans un dessiccateur pour le refroidir à température ambiante. Peser à nouveau le creuset en platine. La perte de masse après traitement à l'acide fluorhydrique correspond à la quantité de dioxyde de silicium insoluble.

8.2.4.5 ICP-OES pour le silicium soluble

Le mode opératoire suivant doit être utilisé: Nébuliser la solution d'essai obtenue en 8.2.4.3 dans le plasma d'un ICP-OES afin de déterminer la teneur en silicium soluble de l'échantillon.

NOTE Un exemple de raie d'émission de silicium adaptée est énuméré à l'Annexe C.

8.2.5 Essai à blanc

Les déterminations à blanc doivent être effectuées conformément à 8.2.4.2 à 8.2.4.5 sans l'échantillon.

8.2.6 Étalonnage

Pour l'ICP-OES, des solutions d'étalonnage doivent être préparées pour couvrir la plage des concentrations en silicium dans la solution d'essai. Chaque solution d'étalonnage doit contenir une matrice similaire à celle de la solution pour essai.

À partir de ces solutions d'étalonnage, la fonction d'étalonnage pour le silicium soluble doit être déterminée pour établir la relation entre l'intensité d'émission mesurée avec la solution d'essai et la concentration en silicium dans la solution d'essai.

8.2.7 Calcul

À partir de la quantité de silicium insoluble (8.2.4.4), de silicium soluble (8.2.4.5) et l'essai à blanc (8.2.5), la teneur en silicium doit être calculée conformément à la Formule (1).

$$w_{Si} = \frac{100}{m} \times \left[(m_1 - m_0) \times 0,4674 + \frac{V \times (A_1 - A_0)}{10^6} \right] \quad (1)$$

où

w_{Si}	est la fraction massique de silicium dans l'échantillon, en pourcentage;
m_1	est la masse de dioxyde de silicium insoluble dans l'échantillon (8.2.4.4), en grammes;
m_0	est la masse de dioxyde de silicium insoluble dans l'essai à blanc (8.2.5), en grammes;
A_1	est la concentration en silicium soluble dans la solution d'essai (8.2.4.3), en milligrammes par litre;
A_0	est la concentration en élément dans la solution d'essai (8.2.5), exprimée en milligrammes par litre;
V	est le volume de la solution d'essai et à blanc, en millilitres;
m	est la masse de l'échantillon (8.2.4.2), en grammes.

8.3 Fluorescence de rayons X (XRF) utilisant la méthode de la perle fondue

Le mode opératoire doit être conforme au paragraphe 8.2 de l'ISO 21068-3:2024.

9 Détermination de la teneur en azote

9.1 Classification des méthodes de détermination

La teneur en azote doit être déterminée à l'aide de l'une des méthodes indiquées ci-après. Les méthodes A et C fournissent une précision supérieure à la méthode B.

NOTE Sur la base de l'expérience pratique, les méthodes A et C fournissent des valeurs précises à deux décimales près. La méthode B fournit généralement une précision d'une décimale valide.

- Méthode A: méthode par décomposition sous pression en milieu acide - séparation par distillation - titrage acidimétrique.
- Méthode B: méthode par fusion sous gaz inerte - conductivité thermique.
- Méthode C: méthode par fusion – séparation de l'ammoniac –titrage acidimétrique.

9.2 Méthode par décomposition en milieu acide sous pression – séparation par distillation – titrage acidimétrique

9.2.1 Principe

Décomposer l'échantillon dans un récipient de décomposition sous pression avec un mélange d'acide fluorhydrique et d'acide sulfurique pour convertir l'azote en ammoniac. Ajouter de l'acide borique et transférer la solution dans un ballon de distillation. Après addition d'hydroxyde de sodium, séparer l'ammoniac par distillation à la vapeur et recueillir le distillat dans un récipient contenant une quantité connue d'acide sulfamique. Faire réagir l'ammoniac distillé avec l'acide sulfamique et effectuer le titrage en retour de l'excès d'acide sulfamique avec une solution étalon d'hydroxyde de sodium.

9.2.2 Réactifs

Utiliser des réactifs de qualité analytique. Conserver les solutions de réactifs dans des flacons en plastique.

9.2.2.1 Eau, de qualité 1 au minimum, telle que spécifiée dans l'ISO 3696.

9.2.2.2 Acide fluorhydrique, HF, $c(\text{HF}) = 48 \%$, fraction massique.

9.2.2.3 Acide sulfurique (1+1), H_2SO_4 , acide sulfurique concentré ($c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 96 \%$, fraction massique) dilué (1+1) en volume avec de l'eau (9.2.2.1).

9.2.2.4 Hydroxyde de sodium, NaOH, pureté supérieure à 97,0 % (fraction massique).

9.2.2.5 Solution d'hydroxyde de sodium (500 g/l), préparée par dissolution d'hydroxyde de sodium (9.2.2.4) dans de l'eau (9.2.2.1).

9.2.2.6 Acide sulfamique, $\text{H}_3\text{NO}_3\text{S}$, de pureté supérieure à 99,0 % (fraction massique).

9.2.2.7 solution d'acide sulfamique à 0,1 mol/l, préparée en dissolvant de l'acide sulfamique (9.2.2.6) dans de l'eau (9.2.2.1). Peser 10,0 g d'acide sulfamique dans un ballon jaugé de 1 000 ml, dissoudre dans