

---

---

**Analyse chimique des produits  
réfractaires d'aluminosilicates (méthode  
alternative à la méthode par fluorescence  
de rayons X) —**

Partie 2:  
**Méthodes d'analyse chimique par voie  
humide**

*Chemical analysis of aluminosilicate refractory products (alternative to  
the X-ray fluorescence method) —*

*Part 2: Wet chemical analysis*



**PDF – Exonération de responsabilité**

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

Sample Document

get full document from [standards.iteh.ai](https://standards.iteh.ai)

© ISO 2007

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, 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 et les microfilms, sans l'accord écrit de l'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office  
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20  
Tel. + 41 22 749 01 11  
Fax. + 41 22 749 09 47  
E-mail [copyright@iso.org](mailto:copyright@iso.org)  
Web [www.iso.org](http://www.iso.org)

Publié en Suisse

## Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
1 <b>Domaine d'application.....</b>	<b>1</b>
2 <b>Références normatives .....</b>	<b>2</b>
3 <b>Dosage de l'oxyde de silicium résiduel(IV) en solution.....</b>	<b>2</b>
4 <b>Dosage de l'oxyde d'aluminium .....</b>	<b>3</b>
5 <b>Dosage de l'oxyde de fer(III) .....</b>	<b>6</b>
6 <b>Dosage de l'oxyde de titane(IV).....</b>	<b>7</b>
7 <b>Dosage de l'oxyde de manganèse(III) par la méthode spectrométrique à absorption au permanganate .....</b>	<b>10</b>
8 <b>Dosage de l'oxyde de calcium.....</b>	<b>11</b>
9 <b>Dosage de l'oxyde de magnésium .....</b>	<b>11</b>
10 <b>Dosage de l'oxyde de sodium par photométrie de flamme.....</b>	<b>13</b>
11 <b>Dosage de l'oxyde de potassium .....</b>	<b>14</b>
12 <b>Dosage de l'oxyde de chrome(III) en utilisant du diphénylcarbazine.....</b>	<b>15</b>
13 <b>Dosage de l'oxyde de zirconium au xylénol orange .....</b>	<b>16</b>
14 <b>Dosage de l'oxyde de phosphore(V) au bleu de molybdène.....</b>	<b>18</b>
15 <b>Rapport d'essai .....</b>	<b>19</b>

## 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 (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

L'attention est appelée 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.

L'ISO 21587-2 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 33, *Matériaux réfractaires*.

L'ISO 21587 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Analyse chimique des produits réfractaires d'aluminosilicates (méthode alternative à la méthode par fluorescence de rayons X)*:

- *Partie 1: Appareillage, réactifs, dissolution et teneur en silice par gravimétrie*
- *Partie 2: Méthodes d'analyse chimique par voie humide*
- *Partie 3: Méthodes par spectrométrie d'absorption atomique (AAS) et spectrométrie d'émission atomique avec plasma induit par haute fréquence (ICP-AES)*

# Analyse chimique des produits réfractaires d'aluminosilicates (méthode alternative à la méthode par fluorescence de rayons X) —

## Partie 2: Méthodes d'analyse chimique par voie humide

### 1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 21587 spécifie des méthodes traditionnelles («humides») d'analyse chimique des produits et matières premières réfractaires d'aluminosilicates.

Les méthodes s'appliquent au dosage des éléments suivants:

- l'oxyde de silicium(IV) ( $\text{SiO}_2$ )
- l'oxyde d'aluminium ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ )
- l'oxyde de fer(III) (oxyde de fer total calculé en tant que  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ )
- l'oxyde de titane(IV) ( $\text{TiO}_2$ )
- l'oxyde de manganèse(II) ( $\text{MnO}$ )
- l'oxyde de calcium ( $\text{CaO}$ )
- l'oxyde de magnésium ( $\text{MgO}$ )
- l'oxyde de sodium ( $\text{Na}_2\text{O}$ )
- l'oxyde de potassium ( $\text{K}_2\text{O}$ )
- l'oxyde de chrome(III) ( $\text{Cr}_2\text{O}_3$ )
- l'oxyde de zirconium ( $\text{ZrO}_2$ )
- l'oxyde de phosphore(V) ( $\text{P}_2\text{O}_5$ )

La présente partie de l'ISO 21587 fournit une méthode alternative à la méthode par fluorescence de rayons X (FRX) donnée dans l'ISO 12677:2003, *Analyse chimique des matériaux réfractaires par fluorescence de rayons X — Méthode de la perle fondue*.

## 2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables à 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 21587-1:2006, *Analyse chimique des produits réfractaires d'aluminosilicates (méthode alternative à la méthode par fluorescence de rayons X) — Partie 1: Appareillage, réactifs, dissolution et silice gravimétrique*

ISO 26845, *Analyse chimique des matériaux réfractaires — Exigences générales pour les méthodes d'analyse chimique par voie humide, par AAS et par ICP*

## 3 Dosage de l'oxyde de silicium résiduel(IV) en solution

### 3.1 Principe

Une partie aliquote de la solution mère (S1) ou (S'1), après ajustement du pH, est traitée avec du molybdate d'ammonium et le silicomolybdate d'ammonium, et est réduit en bleu de molybdène dont l'absorbance est mesurée.

La somme de cet oxyde résiduel de silicium(IV) en solution et la masse de l'oxyde du silicium(IV) ( $m_1 - m_2$ ) dérivée de l'ISO 21587-1:2007, 4.2.2.3 ou 4.2.3.3, donne la teneur totale d'oxyde de silicium(IV).

### 3.2 Mode opératoire

Il convient que ce dosage débute peu de temps après que la solution mère (S1) ou (S'1) a été préparée, car la conservation prolongée peut entraîner la polymérisation de la silice aboutissant à des résultats bas.

Transvaser 10 ml de solution mère (S1) ou (S'1) obtenue en 4.2.2.3 ou 4.2.3.3 de l'ISO 21587-1:2007 dans un bécher en plastique de 100 ml et ajouter 2 ml d'acide fluorhydrique (1+9), mélanger avec une tige en plastique et laisser se reposer pendant 10 min. Puis ajouter 50 ml de solution d'acide borique. Ajouter 2 ml de solution de molybdate d'ammonium tout en mélangeant à une température de 25 °C et laisser reposer pendant 10 min. Ajouter 5 ml de solution d'acide L+(-)tartrique tout en agitant, et après 1 min ajouter 2 ml de solution d'acide L+(-)ascorbique. Transvaser la solution dans une fiole jaugée de 100 ml, diluer avec de l'eau jusqu'au trait, et laisser reposer pendant 60 min.

Mesurer l'absorbance de la solution dans une cellule de 10 mm à une longueur d'onde de 650 nm en utilisant comme référence l'eau.

### 3.3 Traçage de la courbe d'étalonnage

Transvaser 0, 2, 4, 6, 8, 10 ml de parties aliquotes [de 0 mg à 0,4 mg d'oxyde de silicium(IV)]de solution étalon diluée d'oxyde de silicium(IV) ( $\text{SiO}_2$  0,04 mg/ml) dans plusieurs béchers en plastique de 100 ml et dans chacun ajouter 10 ml de solution témoin (B1) ou (B'1) obtenues en 4.2.2.4 ou 4.2.3.4 de l'ISO 21587-1:2007. Traiter ces solutions et mesurer l'absorbance telle que décrit en 3.2 et tracer cette dernière en fonction de la quantité d'oxyde de silicium(IV). Tracer la courbe d'étalonnage en l'ajustant de sorte qu'elle passe par le point d'origine.

### 3.4 Calcul

Calculer la fraction massique d'oxyde de silicium(IV),  $w_{\text{SiO}_2}$ , en pourcentage, en utilisant l'équation suivante avec les absorbances obtenues par le mode opératoire donné en 3.2, et le traçage de la courbe d'étalonnage donné en 3.3.

$$w_{\text{SiO}_2} = \frac{(m_1 - m_2) + (m_3 - m_4) \times \frac{500}{10}}{m} \times 100 \quad (1)$$

où

- $m_1$  est la masse, en grammes, obtenue en 4.2.2.3 ou 4.2.3.3 de l'ISO 21587-1:2007;
- $m_2$  est la masse, en grammes, obtenue en 4.2.2.3 ou 4.2.3.3 de l'ISO 21587-1:2007;
- $m_1$  est la masse, en grammes, d'oxyde de silicium(IV) dans la partie aliquote de la solution mère (S1) ou (S'1) tel qu'applicable;
- $m_2$  est la masse, en grammes, d'oxyde de silicium(IV) dans la partie aliquote de la solution témoin (B1) ou (B'1) tel qu'applicable;
- $m$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai à partir de 4.2.2.2 ou 4.2.3.2 de l'ISO 21587-1:2007.

## 4 Dosage de l'oxyde d'aluminium

### 4.1 Généralités

Le dosage de l'oxyde de titane(IV) est réalisé en utilisant une des méthodes suivantes:

- a) méthode de séparation par cupferron, CyDTA et titrage en retour au zinc;
- b) méthode par CyDTA et titrage en retour au zinc (sans la méthode de séparation).

### 4.2 Méthode de séparation par cupferron, CyDTA et titrage en retour au zinc

#### 4.2.1 Principe

Pour ajuster l'acidité, de l'acide chlorhydrique est ajouté à une partie aliquote de la solution mère (S1) ou (S'1), obtenue en 4.2.2.3 ou 4.2.3.3 de l'ISO 21587-1:2007. Le fer, le titane, le manganèse et le zirconium sont séparés de la solution par extraction au solvant avec la solution de cupferron et le précipité est éliminé par dissolution dans du chloroforme. La phase organique est rejetée. Une solution étalon volumétrique CyDTA est ajoutée en excès à la solution aqueuse, après ajustement du pH avec une solution ammoniacale et il se forme un composé chélaté de CyDTA d'aluminium. Le pH est encore ajusté par ajout d'une solution tampon d'acétate d'ammonium et un volume équivalent d'éthanol est ajouté à la solution. La quantité excédentaire de CyDTA est déterminée par titrage en retour avec une solution étalon volumétrique de zinc, en utilisant la dithizone comme indicateur et la fraction massique d'oxyde d'aluminium est calculée.

#### 4.2.2 Mode opératoire

Transvaser une partie aliquote de 100 ml de la solution mère (S1) ou (S'1), obtenue en 4.2.2.3 ou 4.2.3.3 de l'ISO 21587-1:2007, dans une ampoule à décanter de 500 ml et ajouter 20 ml d'acide chlorhydrique (concentré). Ajouter à la solution 20 ml de chloroforme et 10 ml de solution de cupferron. Boucher l'ampoule et agiter vigoureusement. Libérer la pression dans l'ampoule en retirant le bouchon avec précaution puis rincer à l'eau le bouchon et le col de l'ampoule. Laisser les phases se séparer et retirer la couche de chloroforme. S'assurer que l'extraction est totale en vérifiant que l'ajout de quelques gouttes de la solution de cupferron à la solution aqueuse ne produise pas un précipité permanent coloré. Ajouter encore des prises d'essai de 10 ml de chloroforme et recommencer l'extraction jusqu'à ce que la couche de chloroforme soit incolore. Laver au chloroforme l'intérieur et l'extérieur du corps de l'ampoule, au moyen d'une pissette en polyéthylène. Mettre au rebut les extraits de chloroforme; ne pas les laisser sécher car il y a risque d'explosion. Transvaser la solution aqueuse et les solutions de lavage de l'ampoule dans une fiole Erlenmeyer de 1 l. Ajouter quelques gouttes d'indicateur de bleu de bromophénol puis ajouter la solution ammoniacale (concentrée) jusqu'à ce qu'elle soit juste alcaline. Acidifier à nouveau rapidement à l'acide chlorhydrique (concentré) et ajouter 5 à 6 gouttes supplémentaires. Refroidir à température ambiante. Ajouter suffisamment de solution étalon volumétrique de CyDTA [ $c(\text{CyDTA}) = 0,05 \text{ mol/l}$ ] pour qu'elle se combine à l'alumine présente et rajouter quelques millilitres supplémentaires.

NOTE 1 1 ml de solution étalon volumétrique CyDTA [ $c(\text{CyDTA}) = 0,05 \text{ mol/l}$ ] équivaut à 1,275 % de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , pour une partie aliquote de 100 ml.