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

Partie 3:

**Méthodes par spectrométrie d'absorption
atomique (AAS) et spectrométrie
d'émission atomique avec plasma induit
par haute fréquence (ICP-AES)**

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

*Part 3: Inductively coupled plasma and atomic absorption spectrometry
methods*



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

© 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
Web www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	2
3 Dosage de la silice résiduelle en solution par ICP-AES	2
4 Dosage de l'oxyde de fer(III) par ICP-AES	4
5 Dosage de l'oxyde de titane(IV) par ICP-AES	6
6 Dosage de l'oxyde de manganèse(II) par ICP-AES	6
7 Dosage de l'oxyde de calcium par ICP-AES	7
8 Dosage de la magnésie par ICP-AES	9
9 Dosage de l'oxyde de sodium par ICP-AES	9
10 Dosage de l'oxyde de potassium par ICP-AES	10
11 Dosage de l'oxyde de chrome(III) par ICP-AES	11
12 Dosage de l'oxyde de zirconium par ICP-AES	12
13 Dosage de l'oxyde de phosphore(V) par ICP-AES	12
14 Dosage du calcium par AAS	14
15 Dosage de la magnésie par AAS	16
16 Dosage de l'oxyde de sodium par ASS	17
17 Dosage de l'oxyde de potassium par AAS	18
18 Dosage de l'oxyde de manganèse par AAS	19
19 Dosage de l'oxyde de chrome(III) par AAS	21
20 Rapport d'essai	21

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 21587-3 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 3:

Méthodes par spectrométrie d'absorption atomique (AAS) et spectrométrie d'émission atomique avec plasma induit par haute fréquence (ICP-AES)

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 21587 spécifie des méthodes par spectrométrie d'absorption atomique (AAS) dans la flamme et spectrométrie d'émission atomique avec plasma induit par haute fréquence (ICP-AES), pour l'analyse chimique des produits et matières premières réfractaires d'aluminosilicates.

Les méthodes s'appliquent au dosage des éléments suivants:

- la silice(IV) (SiO_2)
- l'alumine (Al_2O_3)
- l'oxyde de fer(III) (oxyde de fer total calculé en tant que Fe_2O_3)
- l'oxyde de titane(IV) (TiO_2)
- l'oxyde de manganèse(II) (MnO)
- l'oxyde de calcium (CaO)
- la magnésie (MgO)
- l'oxyde de sodium (Na_2O)
- l'oxyde de potassium (K_2O)
- l'oxyde de chrome(III) (Cr_2O_3)
- l'oxyde de zirconium (ZrO_2)
- l'oxyde de phosphore(V) (P_2O_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 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 21587-1:2007, *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 21587-2:2007, *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*

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 la silice résiduelle en solution par ICP-AES

3.1 Principe

La silice résiduelle restante dans la solutions mère (S1) ou (S'1) est déterminée par ICP-AES.

3.2 Réactifs

Préparer les réactifs spécifiés dans l'ISO 26845 et l'ISO 21587-1, ainsi que les réactifs suivants.

3.2.1 Solution d'alumine, Al₂O₃ 5 mg/ml.

Peser 2,65 g d'aluminium (pur à plus de 99,5 % en masse, fraction massique de Si inférieure à 0,001 %) dans un récipient en platine (par exemple 100 ml). Couvrir le récipient avec un verre de montre, ajouter approximativement 100 ml d'acide chlorhydrique (1+1) et chauffer au bain-marie bouillant jusqu'à dissolution du métal. Après refroidissement, diluer à 1 l avec de l'eau dans une fiole jaugée.

3.2.2 Solution matricielle 1.

Transvaser une partie aliquote appropriée de la solution d'alumine (5 mg/ml) dans une fiole jaugée de 500 ml et diluer dans de l'eau jusqu'au trait. Cette solution est fraîchement préparée en tant que de besoin.

NOTE La composition chimique de l'échantillon permet de déterminer la quantité de solution d'alumine à utiliser. Utiliser par exemple 35 ml pour la solution d'alumine d'un échantillon composé de 35 % d'alumine en masse.

3.2.3 Solution matricielle 2 ou 2'.

Suivre le mode opératoire donné en 4.2.2.3 ou 4.2.3.3 de l'ISO 21587-1:2007 sans l'échantillon, mais omettre le mélange de fusion ou la fusion du carbonate de sodium anhydre. La solution équivalente à la solution mère (S1) ou (S'1) est appelée solution matricielle 2 ou 2' selon le cas.

3.2.4 Série 2 de solutions d'étalonnage.

Transvaser avec précision des quantités convenables de parties aliquotes de la solution étalon diluée de silice(IV) (0,2 mg/ml) dans plusieurs fioles jaugées de 100 ml conformément à la composition des échantillons. Ajouter 10 ml de chaque solution matricielle 1 et de chaque solution matricielle 2 ou 2', respectivement, et diluer dans de l'eau jusqu'au trait. Le Tableau 1 est donné à titre d'exemple.

NOTE Le Tableau 2 donne un exemple de préparation des solutions. Préparer une série appropriée de solutions d'étalonnage en fonction de la composition de l'échantillon, du type et des capacités de l'instrument utilisé.

Tableau 1 — Exemple de série 2 de solutions d'étalonnage

Série 2 de solutions d'étalonnage	Solution matricielle 1	Solution matricielle 2 ou 2'	Solution étalon diluée de silice(IV)	Concentration dans la solution
N°	ml	ml	ml	SiO ₂ mg/100 ml
1	10	10	0	0
2	10	10	1	0,2
3	10	10	2	0,4
4	10	10	5	1,0
5	10	10	10	2,0
6	10	10	15	3,0

3.3 Mode opératoire

Déterminer la silice(IV) restant dans la solution (S1) ou (S'1) (4.2.2.3 ou 4.2.3.3 de l'ISO 21587-1:2007) comme suit.

Transvaser 10 ml de la solution mère (S1) ou (S'1) dans une fiole jaugée de 100 ml, diluer dans de l'eau jusqu'au trait. Cette solution est appelée solution mère diluée (S1d) ou (S'1'd) pour le dosage de la silice(IV) dissoute.

Pulvériser une prise d'essai de la solution mère diluée (S1d) ou (S'1'd) dans le jet de plasma d'argon du spectromètre d'émission atomique avec plasma induit par haute fréquence (ICP-AES) et mesurer l'intensité d'émission à la longueur d'onde de 251,61 nm par exemple.

3.4 Essai à blanc

Suivre le mode opératoire décrit en 3.3 pour la solution témoin (B1) ou (B'1). La solution témoin diluée équivalente à la solution mère diluée (S1d) ou (S'1'd) est appelée solution témoin diluée (B1d) ou (B'1'd).

3.5 Traçage de la courbe d'étalonnage

En utilisant la série 2 de solutions d'étalonnage, suivre le mode opératoire d'émission décrit en 3.3. Tracer la relation entre l'intensité d'émission et la masse d'oxyde, puis préparer la courbe d'étalonnage en l'ajustant de façon qu'elle passe par le point d'origine.

Il convient d'effectuer un nouvel étalonnage au moyen de la plage d'étalonnage et des solutions témoins pour chaque série de dosages.

3.6 Calcul

Calculer la fraction massique de silice(IV), w_{SiO_2} , exprimée en pourcentage à partir de la quantité de silice(IV) dérivée sur la base des chiffres obtenus à partir de 3.3 et 3.4, et de l'étalonnage réalisé en 3.5 à l'aide de l'équation suivante:

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