

---

# Norme internationale



# 4936

---

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION • МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ • ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

---

## **Aciers et fontes — Dosage du chrome — Méthode spectrophotométrique à la diphénylcarbazine**

*Steel and cast iron — Determination of chromium content — Diphenylcarbazide spectrophotometric method*

Première édition — 1984-12-01

---

CDU 669.13/.14 : 543.42 : 546.76

Réf. n° : ISO 4936-1984 (F)

Descripteurs : acier, fonte, analyse chimique, dosage, chrome, méthode spectrophotométrique.

Prix basé sur 3 pages

## 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 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.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes internationales par le Conseil de l'ISO. Les Normes internationales sont approuvées conformément aux procédures de l'ISO qui requièrent l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 4936 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 17, *Acier*.

# Aciers et fontes — Dosage du chrome — Méthode spectrophotométrique à la diphénylcarbazine

## 1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode spectrophotométrique à la diphénylcarbazine pour le dosage du chrome dans les aciers et les fontes.

La méthode est applicable aux teneurs en chrome comprises entre 0,01 et 0,25 % (*m/m*).

## 2 Référence

ISO/R 377, *Prélèvement et préparation des échantillons et des éprouvettes pour l'acier corroyé.*

## 3 Principe

Mise en solution d'une prise d'essai par les acides nitrique et perchlorique.

Oxydation du chrome en milieu perchlorique phosphorique par le permanganate de potassium.

Oxydation de la diphénylcarbazine par le chrome(VI).

Mesurage spectrophotométrique de la forme oxydée de la diphénylcarbazine à une longueur d'onde d'environ 540 nm.

## 4 Réactifs

Au cours de l'analyse, sauf avis contraire, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

**4.1 Acide phosphorique**,  $\rho$  1,71 g/ml, dilué 1 + 9 environ.

**4.2 Mélange acide.**

Mélanger 30 ml d'acide perchlorique ( $\rho$  1,67 g/ml environ), 15 ml d'acide nitrique ( $\rho$  1,40 g/ml environ) et 15 ml d'eau.

Préparer fraîchement au moment de l'emploi. Ne pas mettre en réserve.

**4.3 Permanganate de potassium**, solution à 3,16 g/l.

**4.4 Azoture de sodium** ( $\text{NaN}_3$ ), solution à 10 g/l.

**4.5 Diphénylcarbazine**, solution à 2,5 g/l dans l'acétone.

Dissoudre 0,25 g de diphénylcarbazine dans 100 ml d'acétone. Préparer cette solution immédiatement avant l'emploi.

**4.6 Fer**, solution étalon correspondant à 5 g de Fe par litre.

Peser à 0,001 g près, 1,000 g de fer pur exempt de chrome ou à teneur en chrome aussi basse que possible et exactement connue. Procéder à la mise en solution d'après les modalités décrites en 7.3.1.

1 ml de cette solution étalon contient 5 mg de Fe.

**4.7 Chrome**, solution étalon.

**4.7.1 Chrome**, solution mère correspondant à 1 g de Cr par litre.

Peser à 0,1 mg près, 2,829 0 g de dichromate de potassium, préalablement séché dans une étuve à air à 105 à 110 °C pendant 3 à 4 h et refroidi en dessiccateur, jusqu'à température ambiante, et les dissoudre dans de l'eau. Transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 1 000 ml, diluer au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution mère contient 1 mg de Cr.

**4.7.2 Chrome**, solution étalon correspondant à 5 mg de Cr par litre.

Prélever 5,0 ml de la solution mère (4.7.1), les introduire dans une fiole jaugée de 1 000 ml, diluer au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 5  $\mu$ g de Cr.

## 5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

**5.1 Spectrophotomètre**, ou

**5.2 Photomètre**, équipé de filtres, avec la transmission maximale à 530 nm.

## 6 Échantillonnage

Effectuer l'échantillonnage conformément à l'ISO/R 377 ou aux normes nationales appropriées relatives aux fontes.

## 7 Mode opératoire

**AVERTISSEMENT** — Les vapeurs d'acide perchlorique peuvent produire des explosions en présence d'ammoniac, de fumées nitreuses ou de matières organiques en général.

### 7.1 Prise d'essai

Peser à 0,001 g près, environ 1 g d'échantillon.

### 7.2 Essai à blanc

Effectuer parallèlement au dosage un essai à blanc en suivant le même mode opératoire que celui qui est spécifié en 7.3.2, et en utilisant la même quantité de tous les réactifs et la même cuve, mais en remplaçant la solution d'essai par la solution de fer (4.6).

### 7.3 Dosage

#### 7.3.1 Préparation de la solution d'essai

Introduire la prise d'essai (7.1) dans un bécher de 250 ml et ajouter 25 à 30 ml de mélange acide (4.2). Couvrir le bécher avec un verre de montre. Après cessation de l'effervescence, chauffer modérément pour parfaire la mise en solution et élever la température pour obtenir un reflux des fumées blanches perchloriques à l'intérieur du bécher. Continuer l'émission des fumées pendant 3 min environ.

Faire évaporer l'acide perchlorique jusqu'à début de prise en masse par cristallisation du perchlorate de fer (voir la note).

Refroidir, ajouter 100 ml d'eau chaude, tourbillonner pour dissoudre les sels et chauffer progressivement à l'ébullition, et faire bouillir pendant 1 min environ.

Après refroidissement, transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 200 ml. Diluer au volume et homogénéiser.

Si nécessaire, filtrer sur filtre sec à texture moyenne, en recueillant le filtrat dans un bécher sec. Rejeter les premières fractions.

NOTE — Ne pas insister, sinon les sels sont difficiles à solubiliser.

#### 7.3.2 Développement de la coloration

Prélever 10,0 ml de la solution d'essai (7.3.1) et les introduire dans une fiole conique de 100 ml. Ajouter 20 ml d'acide phosphorique (4.1) et 1 ml de la solution de permanganate de potassium (4.3).

Couvrir la fiole d'un verre de montre, chauffer et faire bouillir la solution doucement pendant 5 min. Cesser le chauffage et ajouter immédiatement, goutte à goutte la solution d'azoture de sodium (4.4) en attendant 5 à 10 s entre les gouttes, jusqu'à décoloration du permanganate, refroidir alors rapidement à la température ambiante.

Transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 100 ml, diluer à environ 80 ml et ajouter 10 ml de la solution de diphénylcarbazine (4.5). Diluer au volume et homogénéiser.

#### 7.3.3 Mesurage spectrophotométrique

Après 10 min d'attente, effectuer les mesurages spectrophotométriques à une longueur d'onde voisine de 540 nm en cuve de parcours optique approprié, après avoir ajusté le spectrophotomètre (5.1) ou le photomètre (5.2) au zéro d'absorbance par rapport à la solution d'essai à blanc (7.2).

NOTE — La coloration est stable 30 min.

## 7.4 Établissement de la courbe d'étalonnage

### 7.4.1 Préparation des solutions d'étalonnage

Dans une série de sept fioles coniques de 100 ml, introduire 0 — 2,0 — 5,0 — 10,0 — 15,0 — 20,0 et 25,0 ml de solution étalon de chrome (4.7.2) résultant de concentrations de chrome, respectivement dans les solutions développées de la coloration de 0 — 0,10 — 0,25 — 0,50 — 0,75 — 1,00 et 1,25 µg de Cr par millilitre.

Ajouter dans chaque fiole 10,0 ml de solution de fer (4.6), 20 ml d'acide phosphorique (4.1) et 1 ml de solution de permanganate de potassium (4.3).

Continuer comme spécifié en 7.3.2, à partir du deuxième alinéa « Couvrir la fiole d'un verre de montre... »

### 7.4.2 Mesurages spectrophotométriques

Effectuer les mesurages spectrophotométriques pour chaque fiole, selon les modalités spécifiées en 7.3.3, mais en remplaçant la solution d'essai à blanc par la solution correspondant au terme zéro de la gamme d'étalonnage (7.4.1).

### 7.4.3 Tracé de la courbe d'étalonnage et calcul du coefficient angulaire de la droite, $a$

Tracer l'absorbance par rapport à la masse connue de chrome, en microgrammes par millilitre.

Calculer le coefficient angulaire,  $a$ , de la pente de la courbe d'étalonnage si celle-ci est une ligne droite.

NOTE — L'absorbance d'une solution contenant 1 µg/ml de chrome, mesurée à 540 nm en cuve de 1 cm de parcours optique est de  $0,80 \pm 0,02$ .

## 8 Expression des résultats

### 8.1 Cas où la courbe d'étalonnage n'est pas une ligne droite

Convertir l'absorbance (7.3.3) à la concentration correspondante de chrome dans la solution d'essai développée de la coloration en microgrammes par millilitre à l'aide de la courbe d'étalonnage (7.4.3).

Calculer la teneur de chrome (Cr), exprimée en pourcentage en masse, d'après la formule suivante :

$$\frac{200}{10} \times \frac{1}{10^6} \times c \times 100 \times \frac{100}{m} + C$$

$$= \frac{c}{5m} + C$$

où

$c$  est la concentration, en microgrammes par millilitre, de chrome dans la solution développée de la coloration ;

$m$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai ;

$C$  est le pourcentage en masse de chrome présent dans le fer employé pour la solution d'essai à blanc et pour l'étalonnage.

### 8.2 Cas où la courbe d'étalonnage est une ligne droite

La teneur en chrome (Cr), exprimée en pourcentage en masse, est calculée d'après la formule suivante :

$$\frac{200}{10} \times \frac{1}{10^6} \times \frac{A}{a} \times 100 \times \frac{1}{d} \times \frac{100}{m} + C$$

$$= \frac{A}{5adm} + C$$

où

$A$  est l'absorbance de la solution d'essai corrigée en tenant compte de l'absorbance de la solution d'essai à blanc ;

$a$  est le coefficient angulaire ou l'absorbance d'une solution contenant 1 µg/ml par centimètre de parcours optique en cuve ;

$d$  est la longueur, en centimètres, de parcours optique de la cuve utilisée pour les mesurages ;

$m$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai ;

$C$  est le pourcentage en masse de chrome présent dans le fer employé pour la solution d'essai à blanc et pour l'étalonnage.

## 9 Procès-verbal d'essai

Le procès-verbal d'essai doit contenir les indications suivantes :

- a) la méthode employée par référence à la présente Norme internationale ;
- b) le résultat obtenu, ainsi que la forme sous laquelle il est exprimé ;
- c) le compte rendu de tous détails particuliers éventuellement relevés au cours du dosage ;
- d) le compte rendu de toutes opérations non prévues dans la présente Norme internationale ou dans la Norme internationale à laquelle il est fait référence, ou de toutes opérations facultatives qui ont pu avoir une influence sur le résultat.

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 4936:1984

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5b3da7fe-9ce7-4241-a571-558f2e65e374/iso-4936-1984>

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 4936:1984

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5b3da7fe-9ce7-4241-a571-558f2e65e374/iso-4936-1984>