
Norme internationale



4937

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

Aciers et fontes — Dosage du chrome — Méthode par titrage potentiométrique ou visuel

Steel and iron — Determination of chromium content — Potentiometric or visual titration method

Première édition — 1986-12-15

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 4937:1986](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/67155b7d-9b07-433c-9509-f98ec3b7e6c/iso-4937-1986>

CDU 629.13/.14 : 543.24/.25 : 546.76

Réf. n° : ISO 4937-1986 (F)

Descripteurs : acier, fonte, analyse chimique, dosage, chrome, méthode potentiométrique, méthode volumétrique.

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 normalement 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 4937 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 17, *Acier*.

ISO 4937:1986

L'attention des utilisateurs est attirée sur le fait que toutes les Normes internationales sont de temps en temps soumises à révision et que toute référence faite à une autre Norme internationale dans le présent document implique qu'il s'agit, sauf indication contraire, de la dernière édition.

Aciers et fontes — Dosage du chrome — Méthode par titrage potentiométrique ou visuel

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de dosage par titrage potentiométrique ou visuel du chrome dans les aciers et les fontes.

La méthode est applicable aux teneurs en chrome comprises entre 0,25 et 35 % (m/m).

En présence de vanadium, le titrage visuel ne s'applique qu'aux prises d'essai contenant moins de 3 mg de vanadium.

2 Références

ISO 377, *Acier corroyé — Prélèvement et préparation des échantillons et des éprouvettes.*

ISO 385/1, *Verrerie de laboratoire — Burettes — Partie 1: Spécifications générales.*

ISO 648, *Verrerie de laboratoire — Pipettes à un trait.*

ISO 1042, *Verrerie de laboratoire — Fioles jaugées à un trait.*

ISO 5725, *Fidélité des méthodes d'essai — Détermination de la répétabilité et de la reproductibilité par essais interlaboratoires.*

3 Principe

Mise en solution d'une prise d'essai par les acides appropriés.

Oxydation du chrome en milieu acide au chrome(VI) par le peroxydisulfate d'ammonium en présence de sulfate d'argent. Réduction du manganèse(VII) par l'acide chlorhydrique.

Réduction du chrome(VI) à l'aide de la solution étalon de sulfate de fer(II) et d'ammonium.

Dans le cas de la détection potentiométrique, détermination du point équivalent par mesure de la variation de potentiel pendant l'ajout de la solution étalon de sulfate de fer(II) et d'ammonium.

Dans le cas de la détection visuelle, dosage de l'excès de sulfate de fer(II) et d'ammonium par une solution étalon de permanganate de potassium se comportant aussi comme indicateur.

4 Réactifs

Au cours de l'analyse, sauf indication contraire, utiliser uniquement des réactifs de pureté analytique reconnue et de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente, exempte de matières réductrices ou oxydantes.

4.1 Urée.

4.2 Acide perchlorique, ρ 1,67 g/ml environ.

4.3 Acide fluorhydrique, ρ 1,15 g/ml environ.

4.4 Acide orthophosphorique, ρ 1,70 g/ml environ.

4.5 Acide nitrique, ρ 1,40 g/ml environ.

4.6 Acide chlorhydrique, ρ 1,19 g/ml environ, dilué 1 + 1.

4.7 Acide chlorhydrique, ρ 1,19 g/ml environ, dilué 1 + 10.

4.8 Acide sulfurique, ρ 1,84 g/ml environ, dilué 1 + 1.

4.9 Acide sulfurique, ρ 1,84 g/ml environ, dilué 1 + 5.

4.10 Acide sulfurique, ρ 1,84 g/ml environ dilué 1 + 19.

4.11 Sulfate d'argent, solution à 5 g/l.

4.12 Peroxydisulfate d'ammonium $[(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8]$, solution à 500 g/l.

Préparer cette solution immédiatement avant l'emploi.

4.13 Sulfate de manganèse $[\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}]$, solution à 4 g/l.

4.14 Sulfate de manganèse $[\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}]$, solution à 100 g/l.

4.15 Permanganate de potassium, solution à 5 g/l.

4.16 Nitrite de sodium, solution à 3 g/l.

Préparer cette solution immédiatement avant l'emploi.

4.17 Acide sulfamique $(\text{NH}_2\text{SO}_3\text{H})$, solution à 100 g/l.

La solution n'est stable que pendant une semaine.

4.18 Permanganate de potassium, solution étalon.

4.18.1 Préparation de la solution

Dissoudre 3,2 g de permanganate de potassium dans 1 000 ml d'eau. Après stockage dans l'obscurité pendant 2 semaines, filtrer sur le filtre fritté sans laver. Conserver la solution dans une bouteille en verre teinté et éviter le contact avec les matières organiques.

4.18.2 Étalonnage de la solution

Faire bouillir dans un bécher de 600 ml, 250 ml d'acide sulfurique (4.10) pendant 10 min et refroidir. Peser à 0,000 1 g près 0,300 0 g d'oxalate de sodium [(COONa)₂] préalablement séché à 105 °C et refroidi en dessiccateur. Dissoudre le sel dans l'acide sulfurique (4.10) bouilli. Ajouter 39 à 40 ml de la solution de permanganate de potassium (4.18.1) à une vitesse de 25 à 35 ml/min en agitant modérément. La teinte violette du permanganate disparaît en 45 s environ. Chauffer ensuite à 70 à 75 °C et terminer le titrage.

À la fin, titrer très lentement et laisser décolorer chaque goutte avant l'addition de la suivante.

Pour déterminer l'essai à blanc, titrer en parallèle 250 ml d'acide sulfurique (4.10) comme décrit précédemment.

Le titre, c_2 , de la solution étalon de permanganate de potassium, exprimé en milligrammes de chrome par millilitre, est donné par la formule

$$c_2 = \frac{300,0 \times 1,733}{6,700 \times (V_1 - V_0)}$$

où

V_1 est le volume, en millilitres, de la solution de permanganate de potassium (4.18.1) utilisé pour le titrage de l'oxalate de sodium;

V_0 est le volume, en millilitres, de la solution de permanganate de potassium (4.18.1) utilisé pour le titrage de l'essai à blanc de l'acide sulfurique (4.10);

6,700 est la masse molaire de l'oxalate de sodium divisée par 20;

1,733 est la masse, en milligrammes, de chrome(VI) contenue dans 1 ml de la solution étalon de référence de dichromate de potassium (4.20);

300,0 est la masse, en milligrammes, d'oxalate de sodium pesée.

4.19 Sulfate de fer(II) et d'ammonium

[Fe(NH₄)₂(SO₄)₂·6H₂O], solution étalon en milieu d'acide sulfurique.

1 ml de cette solution correspond à environ 2 mg de chrome.

4.19.1 Préparation de la solution

Dissoudre 46 g de sulfate de fer(II) et d'ammonium hexahydraté dans 500 ml environ d'eau, ajouter 110 ml d'acide sulfurique (4.8), refroidir, diluer à 1 000 ml et homogénéiser.

4.19.2 Étalonnage potentiométrique de la solution (à effectuer juste avant l'usage)

Prélever 30,0 ml de la solution étalon de référence de dichromate de potassium (4.20) et les introduire dans un bécher de 600 ml, ajouter 45 ml d'acide sulfurique (4.9) et la quantité d'eau suffisante pour obtenir un volume d'environ 400 ml.

Titre dans les conditions spécifiées en 7.3.3.1.

Le titre, c_1 , de la solution de sulfate de fer(II) et d'ammonium (4.19.1) exprimé en milligrammes de chrome par millilitre, est donné par la formule

$$c_1 = \frac{30,0 \times 1,733}{V_2}$$

où

V_2 est le volume, en millilitres, de la solution de sulfate de fer(II) et d'ammonium (4.19.1) employé pour l'étalonnage;

30,0 est le volume, en millilitres, de la solution étalon de référence de dichromate de potassium (4.20) prélevé pour l'étalonnage;

1,733 est la masse, en milligrammes, de chrome contenue dans 1 ml de la solution étalon de référence de dichromate de potassium (4.20).

4.19.3 Étalonnage visuel de la solution (à effectuer juste avant l'usage)

Prélever 25,0 ml de la solution de sulfate de fer(II) et d'ammonium (4.19.1) et ajouter 325 ml d'acide sulfurique (4.10). Titrer à l'aide de la solution étalon de permanganate de potassium (4.18) jusqu'à persistance d'une faible teinte violette.

Pour déterminer l'essai à blanc, titrer à l'aide de la solution étalon de permanganate de potassium (4.18), le mélange de 25 ml d'eau et 325 ml d'acide sulfurique (4.10).

Le titre correspondant, c'_1 , de la solution étalon de sulfate de fer(II) et d'ammonium (4.19), exprimé en milligrammes de chrome par millilitre, est donné par la formule

$$c'_1 = c_2 \times \frac{V_3 - V_0}{25,0}$$

où

c_2 est le titre de la solution étalon de permanganate de potassium (4.18) exprimé en milligrammes de chrome par millilitre;

V_3 est le volume, en millilitres, de la solution étalon de permanganate de potassium (4.18) employé pour oxyder 25 ml de solution de sulfate de fer(II) et d'ammonium (4.19.1);

V_0 est le volume, en millilitres, de la solution étalon de permanganate de potassium (4.18) employé pour titrer l'essai à blanc de l'acide sulfurique (4.10);

25,0 est le volume, en millilitres, de la solution de sulfate de fer(II) et d'ammonium (4.19.1) employé pour l'étalonnage.

4.20 Dichromate de potassium, solution étalon de référence.

Peser à 0,000 1 g près, 4,903 1 g de dichromate de potassium préalablement séché à 150 °C jusqu'à masse constante et refroidi en dessiccateur.

Dissoudre dans de l'eau, transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon de référence contient 1,733 mg de Cr.

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire (voir la note), et

5.1 Dispositif pour titrage potentiométrique, permettant de mesurer une différence de potentiel avec des électrodes de platine-calomel saturé.

NOTE — Toutes les verreries jaugées doivent être en qualité A, appropriées conformément à l'ISO 385/1, l'ISO 648 ou l'ISO 1042.

6 Échantillonnage

Effectuer l'échantillonnage conformément aux spécifications de l'ISO 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 vapeurs nitreuses ou de matières organiques en général.

7.1 Prise d'essai

Peser conformément à la teneur présumée en chrome à 0,000 1 g près, la masse suivante (*m*) de la prise d'essai:

- teneur en chrome comprise entre 0,25 et 2 % (*m/m*), *m* environ 2 g;
- teneur en chrome comprise entre 2 et 10 % (*m/m*), *m* environ 1 g;
- teneur en chrome comprise entre 10 et 25 % (*m/m*), *m* environ 0,5 g;
- teneur en chrome comprise entre 25 et 35 % (*m/m*), *m* environ 0,25 g.

7.2 Essai à blanc

Effectuer l'essai à blanc parallèlement au dosage par le même mode opératoire, à l'aide des mêmes réactifs indiqués pour le dosage, mais en omettant la prise d'essai.

7.3 Dosage

7.3.1 Préparation de la solution d'essai

7.3.1.1 Aciers et fontes non alliés

Introduire la prise d'essai (7.1) dans un bécher de 600 ml, ajouter 60 ml d'acide sulfurique (4.9) et 10 ml d'acide orthophosphorique (4.4), et chauffer pour dissoudre, puis oxyder avec 15 ml d'acide nitrique (4.5). Chauffer jusqu'à dégagement de fumées blanches denses, refroidir et reprendre ensuite avec 100 ml d'eau.

Pour accélérer la mise en solution d'une prise d'essai riche en silicium, on peut ajouter quelques gouttes d'acide fluorhydrique (4.3) à l'attaque (voir note 1).

7.3.1.2 Aciers et fontes alliés au chrome et/ou au nickel

Introduire la prise d'essai (7.1) dans un bécher de 600 ml, ajouter 25 ml d'acide chlorhydrique (4.6), chauffer pour dissoudre puis oxyder avec 15 ml d'acide nitrique (4.5). Lorsque la mise en solution est particulièrement difficile, ajouter 1 à 2 ml d'acide fluorhydrique (4.3). Ajouter ensuite 20 ml d'acide sulfurique (4.8) et 10 ml d'acide orthophosphorique (4.4) et chauffer jusqu'à dégagement de fumées blanches denses.

Après refroidissement, ajouter encore 15 ml d'acide nitrique (4.5) dans la solution fumante, si nécessaire encore quelques fois, jusqu'à décomposition complète des carbures. Continuer à laisser dégager les fumées pour chasser complètement les oxydes d'azote, puis refroidir et reprendre par 100 ml d'eau (voir note 1).

7.3.1.3 Aciers contenant du tungstène

Introduire la prise d'essai (7.1) dans un bécher de 600 ml, ajouter 25 ml d'acide chlorhydrique (4.6) puis 20 ml d'acide sulfurique (4.8) et 10 ml d'acide orthophosphorique (4.4) et chauffer jusqu'à fin d'effervescence. Lorsque la mise en solution est particulièrement difficile, ajouter 1 à 2 ml d'acide fluorhydrique (4.3). Oxyder avec 15 ml d'acide nitrique (4.5) puis chauffer jusqu'à dégagement de fumées blanches denses.

Après refroidissement, ajouter encore 15 ml d'acide nitrique (4.5) dans la solution fumante, si nécessaire encore quelques fois, jusqu'à décomposition complète des carbures. Continuer à laisser dégager les fumées pour chasser complètement les oxydes d'azote, puis refroidir et reprendre par 100 ml d'eau (voir note 1).

7.3.1.4 Aciers et fontes très alliés ou à forte teneur en silicium

Introduire la prise d'essai (7.1) dans une fiole conique de 750 ml, ajouter 20 ml d'acide chlorhydrique (4.6), 10 ml d'acide nitrique (4.5) et 1 ml d'acide fluorhydrique (4.3).

Lorsque l'effervescence est terminée, ajouter 30 ml d'acide perchlorique (4.2). Chauffer jusqu'à dégagement de fumées blanches, couvrir d'un verre de montre et maintenir le chauffage durant le temps nécessaire à la mise en solution complète de l'alliage (les fumées blanches décollent de la solution sans sortir de la fiole). Laisser refroidir.

Ajouter 30 ml d'eau, faire bouillir durant 5 min (voir note 1), laisser refroidir. Transvaser alors quantitativement dans un bécher de 600 ml et ajouter 20 ml d'acide sulfurique (4.8), 10 ml d'acide orthophosphorique (4.4) et 70 ml d'eau.

7.3.2 Oxydation du chrome et préparation du titrage

Si nécessaire, filtrer la solution d'essai pour éliminer le graphite sur un filtre garni de pulpe de cellulose et laver avec l'acide sulfurique (4.10). Diluer à environ 350 ml avec de l'eau tiède, ajouter 20 ml de la solution de sulfate d'argent (4.11) et 10 ml de la solution de peroxydisulfate d'ammonium (4.12). Recouvrir le bécher d'un verre de montre et faire bouillir la solution durant 10 min (voir note 2).

Décomposer ensuite l'acide permanganique en ajoutant à la solution portée à l'ébullition d'abord 15 ml d'acide chlorhydrique (4.7), après 3 min environ, si nécessaire, ajouter encore goutte à goutte l'acide chlorhydrique (4.7) jusqu'à la disparition de la teinte violette (voir note 3). Maintenir la solution à l'ébullition durant 10 min jusqu'à disparition de l'odeur due aux composés chlorés formés (voir note 4). Refroidir rapidement à température ambiante.

NOTES

1 Les mises en solution préconisées (7.3.1) risquent d'être incomplètes pour des échantillons particuliers (par exemple, échantillons contenant des fortes teneurs en chrome et en carbone). Il sera alors indispensable d'effectuer une fusion du résidu et de joindre le résultat de cette fusion à la solution d'essai.

2 On note l'apparition de la couleur violette de l'acide permanganique. Lorsque la prise d'essai ne contient que très peu de manganèse, ajouter à la solution environ 5 ml de la solution de sulfate de manganèse (4.13) afin de rendre visible la formation de l'acide permanganique.

3 L'adjonction d'acide chlorhydrique (4.7) doit être faite après l'oxydation complète, visible par la formation de la coloration violette de l'acide permanganique.

4 Dans le cas d'un titrage visuel (7.3.3.2), après la décomposition de l'acide permanganique et après ébullition pendant 10 min, il est nécessaire d'ajouter 4 ml de solution de sulfate de manganèse (4.14), puis porter à l'ébullition pendant 3 min.

7.3.3 Titrage

7.3.3.1 Titrage potentiométrique

7.3.3.1.1 En l'absence de vanadium

Introduire les électrodes de l'appareillage potentiométrique (5.1) dans le bécher contenant la solution (7.3.2) à titrer.

Tout en agitant de préférence avec un agitateur électromagnétique, ajouter au moyen d'une burette la solution étalon de sulfate de fer(II) et d'ammonium (4.19) jusqu'à l'apparition du saut de potentiel (voir la note). Au voisinage du saut de potentiel, titrer lentement. Soit V_4 le volume en millilitres.

Avec les électrodes de platine-calomel saturé, le saut de potentiel est de l'ordre de 300 mV et le point équivalent se situe entre 700 et 900 mV.

NOTE — Pour les quantités de chrome en solution inférieures à 40 mg, employer une burette de 20 ml; pour les quantités supérieures à 40 mg, employer une burette de 50 ml.

7.3.3.1.2 En présence de vanadium

Titre suivant les modalités spécifiées en 7.3.3.1.1. Dans ce cas, le vanadium est mesuré avec le chrome. Soit V_5 le volume en millilitres. Le vanadium titré avec le chrome est oxydé à l'aide de la solution de permanganate de potassium (4.15). Afin d'oxyder seulement le vanadium, mesurer le potentiel d'oxydation pendant l'addition de la solution de permanganate de potassium (4.15) avec la chaîne de mesure platine-calomel saturé. Ajouter goutte à goutte la solution de permanganate de potassium (4.15) jusqu'à obtention d'un potentiel de 1 000 à 1 160 mV.

Maintenir ce potentiel durant 2 min. Les 2 minutes écoulées,

— ou bien détruire l'excès de permanganate de potassium par addition d'environ 10 ml de la solution de nitrite de sodium (4.16). Environ 1 min plus tard, ajouter 3 g d'urée (4.1). Attendre la stabilisation du potentiel vers 800 mV et titrer suivant les modalités spécifiées en 7.3.3.1.1 à partir de « Tout en agitant... »;

— ou bien détruire l'excès de permanganate de potassium par addition, goutte à goutte, de la solution de nitrite de sodium (4.16) jusqu'à stabilisation du potentiel aux environs de 770 mV. Ajouter 5 ml de la solution d'acide sulfamique (4.17) (potentiel 780 mV). Ajouter ensuite 30 ml de la solution d'acide orthophosphorique (4.4), agiter et titrer suivant les modalités spécifiées en 7.3.3.1.1 à partir de « Tout en agitant... ».

Soit V_6 le volume en millilitres.

7.3.3.2 Titrage visuel (voir la note).

En agitant, ajouter au moyen d'une burette, une quantité exactement mesurée de la solution étalon de sulfate de fer(II) et d'ammonium (4.19) jusqu'à faire passer la solution du jaune orangé au vert bleuté. Ajouter 5 ml en excès de la solution étalon de sulfate de fer(II) et d'ammonium (4.19) et agiter encore 5 s.

Soit V_7 le volume en millilitres.

Titre immédiatement l'excès de sulfate de fer(II) et d'ammonium avec la solution étalon de permanganate de potassium (4.18). Prendre comme point final, le début du faible assombrissement permanent de la coloration vert pâle, qui est bien net et bien défini pour un opérateur expérimenté.

Soit V_8 le volume en millilitres.

Ajouter à nouveau 2 gouttes de solution étalon de permanganate de potassium (4.18). La teinte violacée due au permanganate de potassium en excès doit persister au moins 5 min.

NOTE — La méthode du titrage visuel ne doit s'appliquer qu'aux prises d'essai contenant moins de 3 mg de vanadium.

8 Expression des résultats

8.1 Méthode de calcul

8.1.1 Titration potentiométrique

8.1.1.1 En l'absence de vanadium.

Le pourcentage en masse de chrome (Cr) est donné par l'expression

$$\frac{(V_4 - V_0) \times c_1}{m \times 1\,000} \times 100 = \frac{(V_4 - V_0) \times c_1}{m \times 10}$$

où

V_0 est la masse, en milligrammes, de la solution étalon de sulfate de fer(II) et d'ammonium (4.19) utilisée pour le titrage de l'essai à blanc;

V_4 est le volume, en millilitres, de la solution étalon de sulfate de fer(II) et d'ammonium (4.19) utilisé pour le titrage du chrome (7.3.3.1.1);

c_1 est le titre de la solution étalon de sulfate de fer(II) et d'ammonium (4.19) exprimé en milligrammes de chrome par millilitre;

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

8.1.1.2 En présence de vanadium

Le pourcentage en masse de chrome (Cr) est donné par l'expression

$$\frac{(V_5 - V_6) \times c_1}{m \times 1\,000} \times 100 = \frac{(V_5 - V_6) \times c_1}{m \times 10}$$

où

V_5 est le volume, en millilitres, de la solution étalon de sulfate de fer(II) et d'ammonium (4.19) utilisé pour le titrage du chrome et du vanadium;

V_6 est le volume, en millilitres, de la solution étalon de sulfate de fer(II) et d'ammonium (4.19) utilisé pour le titrage du vanadium;

c_1 est le titre de la solution étalon de sulfate de fer(II) et d'ammonium (4.19) exprimé en milligrammes de chrome par millilitre;

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

8.1.2 Titration visuelle

Le pourcentage en masse du chrome (Cr) est donné par l'expression

$$\begin{aligned} & [(V_7 \times c'_1) - (V_8 \times c_2)] \times \frac{100}{m \times 1\,000} \\ &= \frac{(V_7 \times c'_1) - (V_8 \times c_2)}{m \times 10} \end{aligned}$$

où

V_7 est le volume, en millilitres, de la solution étalon de sulfate de fer(II) et d'ammonium (4.19) ajouté pour réduire le chrome;

V_8 est le volume, en millilitres, de la solution étalon de permanganate de potassium (4.18) utilisé pour le titrage en retour;

c'_1 est le titre de la solution étalon de sulfate de fer(II) et d'ammonium (4.19) exprimé en milligrammes de chrome par millilitre;

c_2 est le titre de la solution étalon de permanganate de potassium (4.18) exprimé en milligrammes de chrome par millilitre;

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

8.2 Fidélité

L'essai planifié de cette méthode a été effectué par 11 laboratoires à 10 niveaux de teneurs en chrome, chaque laboratoire ayant fait deux dosages à chaque niveau.

Les échantillons d'essai utilisés sont indiqués dans l'annexe A.

Les résultats obtenus ont été traités statistiquement conformément à l'ISO 5725.

Une relation logarithmique linéaire a été obtenue entre la teneur en chrome, la répétabilité (r) et la reproductibilité (R). Le tableau 1 résume ces valeurs pour le titrage potentiométrique, le tableau 2 pour le titrage visuel. La présentation graphique de ces relations se trouve en annexe B.

Tableau 1 – Titration potentiométrique

Niveau de chrome % (m/m)	Répétabilité r	Reproductibilité R
0,250	0,013	0,019
0,500	0,019	0,028
1,00	0,027	0,041
2,5	0,044	0,067
5,0	0,064	0,098
10,0	0,092	0,143
15,0	0,114	0,179
20,0	0,132	0,209
25,0	0,149	0,236
35,0	0,178	0,284

Tableau 2 – Titration visuelle

Niveau de chrome % (m/m)	Répétabilité r	Reproductibilité R
0,250	0,017	0,030
0,500	0,025	0,044
1,00	0,038	0,065
2,5	0,063	0,108
5,0	0,093	0,159
10,0	0,138	0,234
15,0	0,174	0,294
20,0	0,205	0,345
25,0	0,233	0,391
35,0	0,281	0,471

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) les résultats obtenus, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;

c) le compte rendu de tous les détails particuliers éventuellement relevés au cours du dosage;

d) le compte rendu de toutes les opérations non prévues dans la présente Norme internationale, ou de toutes les opérations facultatives qui ont pu avoir une influence sur le résultat.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 4937:1986](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/67155b7d-9b07-433c-9509-f98ec3b7e6c/iso-4937-1986)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/67155b7d-9b07-433c-9509-f98ec3b7e6c/iso-4937-1986>

Annexe A

Renseignements supplémentaires sur les essais coopératifs internationaux

(Cette annexe ne fait pas partie intégrante de la norme.)

Les tableaux 1 et 2 du paragraphe 8.2 ont été établis à partir des résultats des essais analytiques internationaux exécutés en 1983-1984 sur 10 échantillons d'aciers et fontes dans quatre pays comprenant 11 laboratoires.

Les résultats des essais ont été résumés dans les rapports publiés par l'ISO TC 17/SC 1 en 1984 (documents N 578, N 588 et N 599).

Les échantillons d'essais utilisés avaient la composition indiquée dans le tableau 3

Tableau 3 — Composition des échantillons d'essais

Échantillon	Composition chimique % (m/m)								
	Cr	C	Si	Mn	Mo	Ni	V	W	Co
IRSID 102-1	0,261	0,389	0,281	0,367	1,2	4,4	—	—	—
BAM 182-1	0,591	0,790	0,368	0,389	—	0,152	0,177	—	—
IRSID 110-1	1,54	0,987	0,446	0,367	—	0,378	0,259	—	—
IRSID 210-1	3,92	0,762	0,200	0,250	8,15	—	1,650	1,54	0,185
IRSID 276-1	5,29	0,364	0,985	0,368	1,47	0,178	0,541	—	—
IRSID 201-1	12,33	0,291	0,843	0,363	—	0,202	(0,02)	—	—
IRSID 279-2	15,64	0,088	0,516	0,258	—	1,603	(0,02)	—	—
CTIF A	(19,5)	(2,5)	(0,45)	(0,655)	(1,4)	(1,2)	(0,02)	—	—
IRSID B	(27,0)	(0,02)	(0,27)	(0,115)	(0,016)	(0,15)	(0,014)	—	(0,32)
NBS 890	32,4	2,91	0,67	0,62	0,018	0,397	0,45	—	—

() valeur non certifiée.

[ISO 4937:1986](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/67155b7d-9b07-433c-9509-f98ec3b7e6c/iso-4937-1986)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/67155b7d-9b07-433c-9509-f98ec3b7e6c/iso-4937-1986>

NOTES

- 1 Les analyses statistiques ont été effectuées conformément à l'ISO 5725.
- 2 Dix échantillons ont été utilisés pour les essais coopératifs, mais comme la méthode avec détection visuelle n'est applicable qu'aux échantillons contenant moins de 3 mg de vanadium dans la prise d'essai, seulement six points sont reportés dans la figure 2 de l'annexe B (les données concernant les échantillons 182-1, 110-1, 276-1 et 210-1 n'ayant pas été prises en compte).