
Norme internationale



8343

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

Ferro-nickel — Dosage du silicium — Méthode gravimétrique

Ferronickel — Determination of silicon content — Gravimetric method

Première édition — 1985-10-15

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 8343:1985](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2558f3a5-bc84-4e80-b67a-6abb5280664c/iso-8343-1985>

CDU 669.243.881 : 543.21 : 546.28

Réf. n° : ISO 8343-1985 (F)

Descripteurs : nickel, ferro-nickel, analyse chimique, dosage, silicium, méthode gravimétrique.

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 8343 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 155, *Nickel et alliages de nickel*.

[ISO 8343:1985](#)

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.

Ferro-nickel — Dosage du silicium — Méthode gravimétrique

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode gravimétrique de dosage du silicium dans les ferro-nickels à des teneurs comprises entre 0,2 et 4,0 % (*m/m*).

2 Référence

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 dans l'acide nitrique et addition d'acide perchlorique. Précipitation de la silice par déshydratation dans l'acide perchlorique, filtration et pesée du précipité calciné. Volatilisation de la silice avec les acides fluorhydrique et sulfurique, pesée du résidu, dosage de la silice par différence et calcul de la teneur en silicium.

4 Réactifs

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

4.1 Acide chlorhydrique, $\rho_{20} = 1,19$ g/ml.

4.2 Acide chlorhydrique, $\rho_{20} = 1,19$ g/ml, dilué 1 + 9.

4.3 Acide fluorhydrique, $\rho_{20} = 1,14$ g/ml.

AVERTISSEMENT — L'acide fluorhydrique exerce une action extrêmement irritante et corrosive sur la peau et les membranes muqueuses, provoquant des brûlures sévères de la peau qui sont lentes à guérir. En cas de contact avec la peau, laver abondamment à l'eau et consulter un médecin.

4.4 Acide nitrique, $\rho_{20} = 1,41$ g/ml, dilué 1 + 1.

4.5 Acide perchlorique, $\rho_{20} = 1,61$ g/ml [70 % (*m/m*)].

4.6 Acide sulfurique, $\rho_{20} = 1,83$ g/ml, dilué 1 + 1.

5 Appareillage

Matériel de laboratoire, et

5.1 Bécher, forme haute, de capacité 600 ml, à surface intacte.

5.2 Creuset en platine, de capacité 40 ml.

5.3 Four à moufle, pouvant être maintenu à une température de 1 100 °C.

5.4 Dessiccateur.

6 Échantillonnage et échantillons

6.1 L'échantillonnage et la préparation des échantillons pour laboratoire doivent se faire par des méthodes agréées par les deux parties ou, en cas de litige, selon les règles de la Norme internationale appropriée.

6.2 L'échantillon pour laboratoire se présente généralement sous la forme de poudre, de granules, de copeaux de fraisage ou de perçage et aucune préparation ultérieure n'est nécessaire.

6.3 Si l'on pense que l'échantillon a pu être pollué par de l'huile ou de la graisse au cours du fraisage ou du perçage, on doit le nettoyer par lavage dans de l'acétone à haute pureté, suivi d'un séchage à l'air.

6.4 Si l'échantillon pour laboratoire contient des particules ou des morceaux de tailles différentes, la prise d'essai peut être obtenue par une méthode de division au diviseur à lames.

7 Mode opératoire

7.1 Prise d'essai

7.1.1 Si l'on prévoit une teneur en silicium supérieure à 1 % (*m/m*), peser 2,00 g d'échantillon à 0,001 g près.

7.1.2 Si l'on prévoit une teneur en silicium comprise entre 0,25 et 1 % (*m/m*), peser 4,00 g d'échantillon à 0,002 g près.

7.1.3 Si l'on prévoit une teneur en silicium inférieure à 0,25 % (m/m), peser 10,00 g d'échantillon à 0,005 g près.

7.2 Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc parallèlement au dosage en suivant le même mode opératoire et en utilisant les mêmes quantités de réactifs.

7.3 Dosage

AVERTISSEMENT — L'acide perchlorique fumant est un oxydant puissant et peut provoquer un mélange explosif lorsqu'il est en contact avec des matières organiques. Toutes les évaporations doivent se faire sous une hotte appropriée pour l'emploi d'acide perchlorique.

7.3.1 Mettre la prise d'essai (7.1) dans un bécher (5.1), ajouter 50 ml d'acide nitrique (4.4) et couvrir avec un verre de montre. Chauffer modérément et, lorsque la mise en solution semble presque terminée, ajouter 50 ml d'acide perchlorique (4.5).

NOTE — Dans le cas d'une prise d'essai de 10 g, ajouter l'acide nitrique par petites quantités avec précaution, afin d'éviter une trop grande effervescence. Après dissolution, ajouter 70 ml d'acide perchlorique.

7.3.2 Chauffer doucement, puis augmenter progressivement le chauffage jusqu'à dégagement de fumées blanches perchloriques. Maintenir le chauffage jusqu'à ce que le résidu cristallise. Retirer de la plaque chauffante et laisser refroidir. Ajouter 100 ml d'eau presque bouillante pour dissoudre les sels, puis 15 ml d'acide chlorhydrique (4.1). Étendre à 250 ml avec de l'eau bouillante. Agiter et chauffer pendant 2 min juste en dessous du point d'ébullition.

7.3.3 Filtrer sur un papier filtre plissé de 125 mm, de porosité moyenne. Rincer le bécher à l'eau chaude et nettoyer à l'aide d'un agitateur muni d'un embout de caoutchouc. Laver le filtre et son contenu avec de l'acide chlorhydrique dilué 1 + 9 (4.2) chaud, jusqu'à disparition de la coloration jaune des sels de fer. Finalement, laver à l'eau chaude jusqu'à ce que le filtrat ne soit plus acide. Jeter le filtrat et les eaux de rinçage.

AVERTISSEMENT — Le filtre doit être parfaitement lavé afin d'éliminer toute trace d'acide perchlorique qui risquerait de provoquer une déflagration lors de l'incinération.

7.3.4 Placer le filtre renfermant le précipité dans un creuset en platine (5.2). Sécher sur une plaque chauffante ou dans une étuve et calciner dans un four à moufle (5.3), d'abord à faible température pour carboniser le papier, puis à 1 100 °C pendant au moins 30 min. Laisser refroidir en dessiccateur (5.4) et peser, à 0,1 mg près, le creuset contenant le précipité calciné. Répéter la calcination pendant 30 min jusqu'à obtention d'une masse constante.

7.3.5 Humecter le précipité calciné avec quelques gouttes d'eau. Ajouter environ 0,5 ml d'acide sulfurique (4.6), puis environ 5 ml d'acide fluorhydrique (4.3). Évaporer doucement jusqu'à siccité sur plaque chauffante jusqu'à disparition complète des fumées sulfuriques. Calciner dans un four à moufle à

1 100 °C pendant 10 min. Laisser refroidir en dessiccateur et peser, à 0,1 mg près, le creuset contenant les impuretés. Répéter la calcination pendant 10 min jusqu'à obtention d'une masse constante.

8 Expression des résultats

8.1 Calcul

La teneur en silicium, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$0,467 \times \frac{m_1 - m_2 - m_3}{m_0} \times 100$$

où

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai;

m_1 est la masse, en grammes, du creuset et de la silice impure;

m_2 est la masse, en grammes, du creuset et des impuretés;

NOTE — La différence $m_1 - m_2$ est la masse, en grammes, de la silice pure volatilisée.

m_3 est la masse, en grammes, de la silice pure, donnée par l'essai à blanc;

0,467 est le facteur de conversion de la silice en silicium.

8.2 Fidélité

La présente Norme internationale a été soumise à un programme d'essais interlaboratoires limité faisant intervenir cinq laboratoires dans quatre pays.

La répétabilité et la reproductibilité ont été calculées selon la méthode spécifiée dans l'ISO 5725, et ont donné les résultats indiqués dans le tableau.

Tableau

Teneur en silicium [% (m/m)]	0,26	1,01	2,56
Écarts-types			
— intralaboratoire, s_w	0,005	0,022	0,014
— interlaboratoire, s_b	0,001	0,012	0,027
Répétabilité, r	0,013	0,062	0,039
Reproductibilité, R	0,014	0,071	0,087

9 Procès-verbal d'essai

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

- la référence de la méthode utilisée;
- les résultats de l'analyse;
- le nombre d'essais répétés différents;
- tout détail inhabituel observé au cours de l'analyse;
- toute opération non comprise dans la présente Norme internationale ou considérée comme facultative.