

NORME INTERNATIONALE

ISO
9441

Première édition
1988-12-01



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

Aciers — Dosage du niobium — Méthode spectrophotométrique au PAR

Steel — Determination of niobium content — PAR spectrophotometric method

ITC STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 9441:1988

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ee856f4a-95e6-4879-af25-916db922a25b/iso-9441-1988>

Numéro de référence
ISO 9441 : 1988 (F)

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 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 9441 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 17, *Acier*.

Les annexes A et B de la présente Norme internationale sont données uniquement à titre d'information.

Aciers — Dosage du niobium — Méthode spectrophotométrique au PAR

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode de dosage du niobium par spectrophotométrie au PAR dans les aciers.

La méthode est applicable à tous les aciers dont les teneurs en niobium sont comprises entre 0,005 % (*m/m*) et 1,3 % (*m/m*).

2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Au moment de la publication de cette norme, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur cette norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 377 : 1985, *Acier corroyé — Prélèvement et préparation des échantillons et des éprouvettes.*

ISO 385-1 : 1984, *Verrerie de laboratoire — Burettes — Partie 1 : Spécifications générales.*

ISO 648 : 1977, *Verrerie de laboratoire — Pipettes à un trait.*

ISO 1042 : 1983, *Verrerie de laboratoire — Fioles jaugées à un trait.*

ISO 5725 : 1986, *Fidélité des méthodes d'essai — Détermination de la répétabilité et de la reproductibilité d'une méthode d'essai normalisée par essais interlaboratoires.*

3 Principe

Mise en solution d'une prise d'essai par de l'acide chlorhydrique, suivie d'une oxydation par le peroxyde d'hydrogène.

Précipitation du niobium et du tantale par l'acide phénylarsonique, en présence de zirconium comme porteur.

Formation d'un complexe du niobium et du (pyridylazo-2)-4-résorcinol (PAR) en milieu de tartrate de sodium tamponné par la solution d'acétate de sodium ajustée à pH 6,3.

Mesurage spectrophotométrique du composé coloré à une longueur d'onde de 550 nm environ.

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 Fer, de haute pureté, exempt de niobium.

4.2 Hydrogénosulfate de potassium (KHSO₄).

4.3 Acide chlorhydrique, ρ 1,19 g/ml environ.

4.4 Acide chlorhydrique, ρ 1,19 g/ml environ, dilué 1 + 9.

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

4.6 Acide sulfurique, ρ 1,84 g/ml environ, dilué 1 + 4.

4.7 Peroxyde d'hydrogène, 300 g/l.

4.8 Hydroxyde de sodium, solution à 120 g/l.

Conserver dans un flacon en polyéthylène.

4.9 Nitrate de zirconium, solution à 3 g/l en milieu acide chlorhydrique.

Mettre en solution 0,3 g de nitrate de zirconium dans 50 ml d'acide chlorhydrique, ρ 1,19 g/ml environ, dilué 1 + 4. Filtrer sur un papier filtre fin, diluer à 100 ml avec de l'eau et homogénéiser.

4.10 Tampon d'acétate de sodium, valeur de pH 6,3

Mettre en solution 350 g d'acétate de sodium trihydraté dans 700 ml d'eau, ajouter 5,5 ml d'acide acétique glacial, ρ 1,05 g/ml environ, diluer à 1 000 ml avec de l'eau et homogénéiser. Ajuster la valeur du pH à 6,3 par petites additions d'acide acétique ou de solution d'hydroxyde de sodium (4.8) en employant un pH-mètre pour le mesurage.

4.11 Acide tartrique, solution à 100 g/l.

4.12 Acide phénylarsonique $[C_6H_5AsO(OH)_2]$, solution à 40 g/l.

4.13 Acide phénylarsonique $[C_6H_5AsO(OH)_2]$, solution à 0,5 g/l.

4.14 Dihydrogène(éthylènedinitrilo)tétracétate disodique $(EDTA.Na_2)$, solution à 15 g/l.

Mettre en solution 15 g de dihydrate de dihydrogène(éthylènedinitrilo)tétracétate disodique $(C_{10}H_{14}O_8N_2Na_2 \cdot 2H_2O)$ dans de l'eau, diluer à 1 000 ml et homogénéiser.

Conserver dans un flacon en polyéthylène.

4.15 (pyridylazo-2)-4-résorcinol (PAR) $(C_{11}H_9N_3O_2)$, sel monosodique ou disodique, solution à 0,6 g/l.

4.16 Niobium, solution étalon, correspondant à 0,200 g de Nb par litre.

Peser à 0,000 1 g près, 0,143 1 g d'oxyde de niobium(V) (99,5 % minimum) et transvaser dans un creuset en platine. Les fondre avec 3,5 g d'hydrogénosulfate de potassium (4.2). Refroidir et mettre en solution par 40 ml de solution d'acide tartrique (4.11). Ajouter encore 160 ml de solution d'acide tartrique (4.11). Transvaser dans une fiole jaugée de 500 ml, diluer au volume avec de l'eau et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 0,200 mg de Nb.

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire et

Spectrophotomètre.

Toutes les verreries jaugées doivent être de qualité A, conformément à l'ISO 385-1, l'ISO 648 ou à l'ISO 1042, selon le cas.

6 Échantillonnage

Effectuer l'échantillonnage conformément à l'ISO 377 ou aux normes nationales appropriées.

7 Mode opératoire

AVERTISSEMENT — L'acide phénylarsonique contenu dans la solution 4.12 et 4.13, et dans la solution principale, le filtrat ou l'eau de lavage décrits en 7.3.2, peuvent nuire à la santé, en pénétrant dans le corps humain.

L'aspiration des vapeurs émises par la calcination du précipité décrite en 7.3.2 peut nuire à la santé.

Les solutions, filtrats ou eaux de lavage qui contiennent de l'acide phénylarsonique doivent être rejetés en étant traités conformément aux réglementations concernées.

7.1 Prise d'essai

Peser à 1 mg près, 1,0 g environ d'échantillon pour essai (masse *m*).

7.2 Essai à blanc

Effectuer parallèlement au dosage et en suivant le même mode opératoire, un essai à blanc, en employant les mêmes quantités de tous les réactifs et la même cuve de dosage, mais en remplaçant la prise d'essai par du fer (4.1).

7.3 Dosage

7.3.1 Mise en solution de la prise d'essai

Transvaser la prise d'essai (7.1) dans un bécher de 400 ml forme basse, ajouter 40 ml d'acide chlorhydrique (4.3), couvrir le bécher d'un verre de montre et chauffer jusqu'à cessation de réaction. Refroidir légèrement et ajouter avec précaution 5 ml de peroxyde d'hydrogène (4.7). Faire bouillir la solution pendant 1 min, diluer à 200 ml environ avec de l'eau chaude et ajouter 5 ml de solution de nitrate de zirconium (4.9).

7.3.2 Séparation du niobium

Porter la solution préparée en 7.3.1 à ébullition et ajouter 25 ml de solution bouillante d'acide phénylarsonique (4.12). Faire bouillir pendant 5 min, ajouter un peu de pâte de papier filtre, bien mélanger et laisser reposer pendant 10 min.

Filter à travers un tampon de pâte préparé à partir de papier filtre macéré, en enlevant les particules adhérent aux parois du bécher à l'aide d'une baguette en verre munie d'un embout en caoutchouc. Laver le filtre alternativement avec une solution chaude d'acide chlorhydrique (4.4) et une solution froide d'acide phénylarsonique (4.13) jusqu'à élimination des sels de fer. Laver enfin plusieurs fois avec la solution froide d'acide phénylarsonique (4.13). Transvaser le filtre et le précipité dans un creuset en silice. Sécher et calciner à température aussi basse que possible jusqu'à élimination de toute la matière carbonée, puis pour finir, à 800 °C pendant au moins 15 min. Laisser refroidir dans un dessiccateur, ajouter quelques gouttes de solution d'acide sulfurique (4.5) et évaporer à siccité avec précaution. Chauffer pour éliminer le trioxyde de soufre.

7.3.3 Préparation de la solution d'essai

Ajouter 2 g d'hydrogénosulfate de potassium (4.2) au résidu obtenu et faire fondre soigneusement jusqu'à l'obtention d'un culot de fusion clair. Refroidir et mettre en solution les produits de fusion par 50 ml de solution chaude d'acide tartrique (4.11) et transvaser dans un bécher de 400 ml. Ajouter 50 ml d'eau et homogénéiser.

Ajouter 25 ml de solution d'hydroxyde de sodium (4.8) et refroidir. À l'aide d'un pH-mètre, ajuster le pH de la solution à 6,0 environ soit à l'aide d'acide sulfurique (4.6), soit à l'aide de la solution d'hydroxyde de sodium (4.8) selon le cas. Refroidir à température ambiante, transvaser dans une fiole jaugée de 250 ml, diluer au volume avec de l'eau et homogénéiser.

7.3.4 Développement de la coloration

Prélever une partie aliquote de solution d'essai préparée en 7.3.3, le volume de la partie aliquote dépendant de la teneur présumée en niobium dans l'échantillon, comme indiqué au tableau 1.

Tableau 1

Niobium % (m/m)	Volume de la partie aliquote ml
moins de 0,26	25,0
0,26 à 0,65	10,0
0,65 à 1,3	5,0

Transvaser la partie aliquote dans une fiole jaugée de 100 ml. Ajouter à l'aide d'une pipette, 10 ml de solution EDTA.Na₂ (4.14), 10 ml de solution de PAR (4.15) et 10 ml de solution tampon d'acétate de sodium (4.10), en mélangeant bien après chaque ajout. Laisser reposer pendant 15 min à 20 °C environ, puis diluer au volume avec de l'eau et homogénéiser. Laisser reposer encore pendant 30 min.

7.3.5 Mesurage spectrophotométrique

Effectuer le mesurage spectrophotométrique à une longueur d'onde de 550 nm environ, après avoir ajusté le spectrophotomètre (chapitre 5) au zéro d'absorbance par rapport à l'eau. Utiliser des cuves de 4 cm pour des teneurs en niobium inférieures ou égales à 0,06 % (m/m) et de 1 cm pour des teneurs supérieures à 0,06 % (m/m).

7.4 Établissement de la courbe d'étalonnage

7.4.1 Préparation des solutions d'étalonnage

Peser plusieurs prises d'essai de 1,0 g ± 0,05 g de fer (4.1) et les transvaser dans une série de neuf béchers de 400 ml. Ajouter les volumes de solution étalon de niobium (4.16) indiqués dans le tableau 2.

Tableau 2

Solution étalon de niobium (4.16) ml	Concentration correspondante de niobium µg/ml	Longueur du parcours optique cm
0	0	1 et 4
1,0	0,2	4
2,0	0,4	4
3,0	0,6	1 et 4
5,0	1,0	1
7,0	1,4	1
9,0	1,8	1
11,0	2,2	1
13,0	2,6	1

Continuer comme indiqué en 7.3.2 à 7.3.4, mais en employant dans tous les cas une prise aliquote de 25,0 ml en 7.3.4.

7.4.2 Mesurages spectrophotométriques

Effectuer les mesurages spectrophotométriques de chaque solution à une longueur d'onde de 550 nm environ, après avoir ajusté le spectrophotomètre au zéro d'absorbance par rapport à l'eau. Utiliser des cuves ayant une longueur de parcours optique indiquée au tableau 2.

Noter la valeur nette d'absorbance, en déduisant l'absorbance du terme zéro de l'absorbance de chaque solution d'étalonnage de la gamme.

7.4.3 Tracé de la courbe d'étalonnage

Conformément au parcours optique de la cuve utilisée, préparer la courbe d'étalonnage en traçant les valeurs nettes d'absorbance par rapport aux concentrations de niobium, exprimées en microgrammes par millilitre dans les solutions mesurées.

8 Expression des résultats

8.1 Méthode de calcul

À l'aide de la courbe d'étalonnage tracée en 7.4.3, relever la concentration en niobium correspondant à l'absorbance mesurée en 7.3.5, de la solution d'essai colorée.

La teneur en niobium (Nb), exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$\begin{aligned}
 & (e_{\text{Nb1}} - e_{\text{Nb0}}) \times \frac{1}{10^6} \times \frac{V_0}{V_1} \times \frac{V_t}{m} \times 100 \\
 &= (e_{\text{Nb1}} - e_{\text{Nb0}}) \times \frac{1}{10^6} \times \frac{250}{V_1} \times \frac{100}{m} \times 100
 \end{aligned}$$

$$= (e_{\text{Nb1}} - e_{\text{Nb0}}) \cdot \frac{25}{10V_1 m}$$

où

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai (voir 7.1);

V_0 est le volume, en millilitres, de la solution d'essai (voir 7.3.3);

V_1 est le volume, en millilitres, de la partie aliquote prélevée (voir tableau 1);

V_t est le volume, en millilitres, de la solution d'essai colorée (voir 7.3.4);

e_{Nb0} est la concentration en niobium, exprimée en microgrammes par millilitre dans la solution d'essai à blanc (voir 7.2);

e_{Nb1} est la concentration en niobium, exprimée en microgrammes par millilitre, dans la solution d'essai colorée (voir 7.3.3).

8.2 Fidélité

L'essai planifié de cette méthode a été effectué par quinze laboratoires, à sept niveaux de niobium, chaque laboratoire ayant fait trois dosages de niobium à chaque niveau (voir les notes).

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

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

Les données obtenues ont défini la relation logarithmique entre la teneur en niobium et la répétabilité (r) et les reproductibilités (R_w et R) des résultats d'essai comme indiqués dans le tableau 3. La représentation graphique de la figure est donnée dans l'annexe B.

Tableau 3

Niveau de niobium % (m/m)	Répétabilité r	Reproductibilité	
		R_w	R
0,005	0,001 2	0,001 1	0,002 1
0,01	0,001 8	0,001 7	0,003 4
0,02	0,002 7	0,002 7	0,005 5
0,05	0,004 7	0,004 8	0,010 2
0,1	0,007 2	0,007 4	0,016 4
0,2	0,010 8	0,011 4	0,026 4
0,5	0,018 8	0,020 3	0,049 3
1,0	0,028 4	0,031 5	0,079 1
1,3	0,033 3	0,037 2	0,094 3

NOTES

1 Deux de ces trois dosages ont été effectués selon les conditions de répétabilité définies dans l'ISO 5725, c'est-à-dire un opérateur, le même appareillage, les mêmes conditions opératoires (même courbe d'étalonnage) et dans une période de temps minimal.

2 Le troisième dosage a été effectué à un moment différent (jour différent) par le même opérateur indiqué dans la note 1, en utilisant le même appareillage avec un nouvel étalonnage.

3 À partir des valeurs obtenues le 1^{er} jour, la répétabilité (r) et la reproductibilité (R) ont été calculées selon les modalités spécifiées dans l'ISO 5725. À partir de la première valeur obtenue le 1^{er} jour et la valeur obtenue le 2^e jour, la reproductibilité intra-laboratoire (R_w) a été déterminée.

9 Rapport d'essai

Le rapport 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 détails particuliers éventuellement relevés au cours du dosage;
- d) le compte rendu de toutes opérations non prévues dans la présente Norme internationale, ou de toutes opérations facultatives qui ont pu avoir une influence sur le résultat.

Annexe A (informative)

Renseignements complémentaires sur les essais coopératifs internationaux

Le tableau 3 a été établi à partir des résultats des essais analytiques internationaux effectués en 1985 sur sept échantillons d'acier dans six pays, soit au total quinze laboratoires.

Les résultats des essais ont été reproduits dans le document 17/1 N 653, de mars 1986. La représentation graphique des données sur la fidélité a été indiquée dans l'annexe B.

Les échantillons d'essai utilisés sont indiqués dans le tableau A.1.

Tableau A.1

Échantillon	Teneur en niobium % (m/m)
BCS 431/1 (acier au carbone)	0,004
JSS 175-3 (acier doux)	0,011
JSS 174-3 (acier doux)	0,020
JSS 172-5 (acier doux)	0,054
NBS 364 (acier faiblement allié)	0,157
JSS 655-7 (acier inoxydable)	0,60
BCS 467 (acier fortement allié)	1,06

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 9441:1988](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ee856f4a-95e6-4879-af25-916db922a25b/iso-9441-1988)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ee856f4a-95e6-4879-af25-916db922a25b/iso-9441-1988>

Annexe B
(informative)

Représentation graphique des données de fidélité

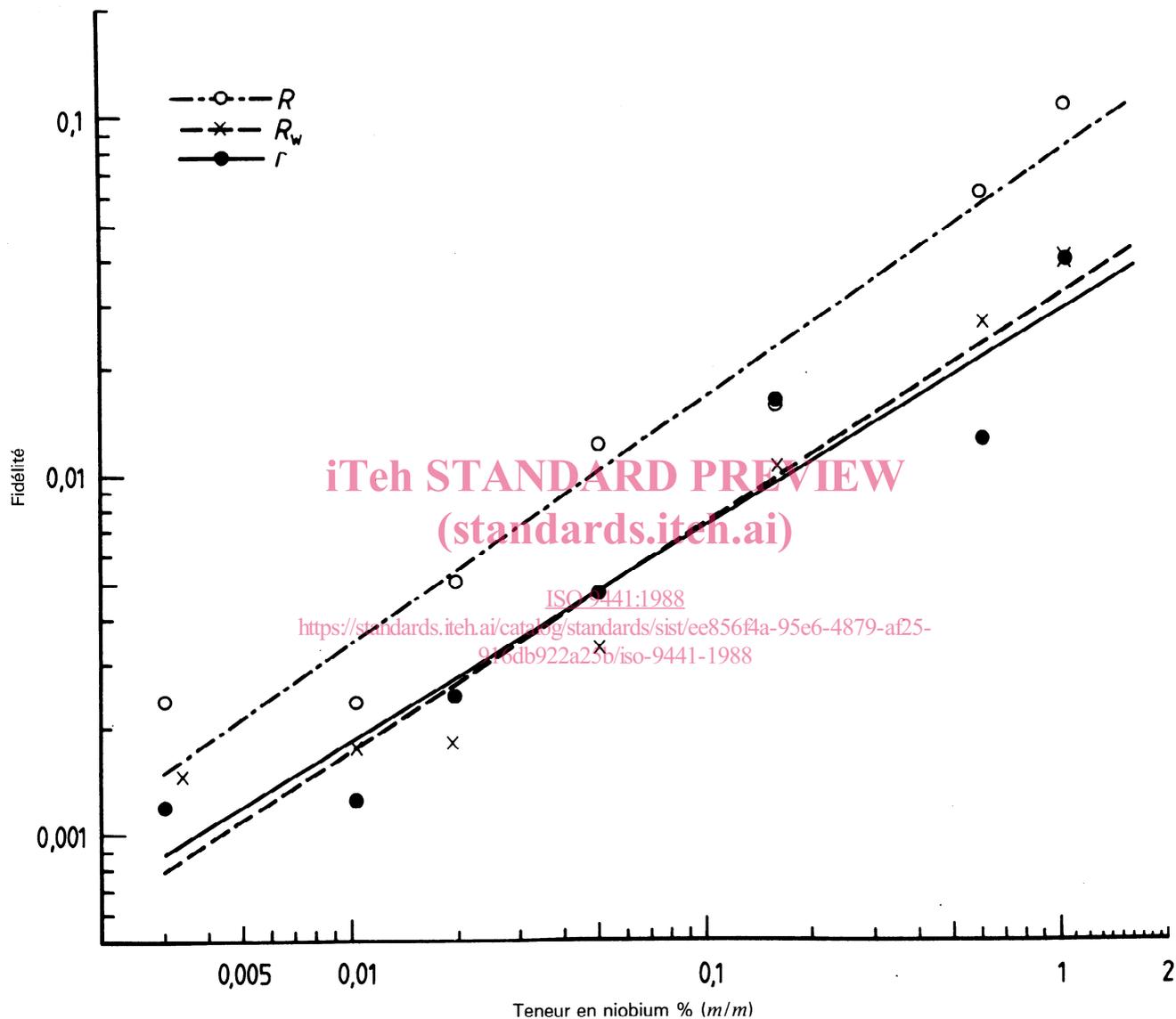


Figure B.1 — Relation entre la teneur en niobium et la répétabilité (r) et entre la teneur en niobium et la reproductibilité (R_w et R)

CDU 669.14 : 543.42 : 546.882

Descripteurs : acier, analyse chimique, dosage, niobium, méthode spectrophotométrique.

Prix basé sur 6 pages