

TC 17

RAPPORT
TECHNIQUE

ISO/TR
9769

Deuxième édition
1990-02-15

**Aciers et fontes — Vue d'ensemble des
méthodes d'analyse disponibles**

Steel and iron — Review of available methods of analysis



Numéro de référence
ISO/TR 9769 : 1990 (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.

La tâche principale des comités techniques de l'ISO est d'élaborer les Normes internationales. Exceptionnellement, un comité technique peut proposer la publication d'un rapport technique de l'un des types suivants :

- type 1: lorsque, en dépit de maints efforts au sein d'un comité technique, l'accord requis ne peut être réalisé en faveur de la publication d'une Norme internationale;
- type 2: lorsque le sujet en question est encore en cours de développement technique et requiert une plus grande expérience;
- type 3: lorsqu'un comité technique a réuni des données de nature différente de celles qui sont normalement publiées comme Normes internationales (ceci pouvant comprendre des informations sur l'état de la technique, par exemple).

La publication des rapports techniques dépend directement de l'acceptation du Conseil de l'ISO. Les rapports techniques des types 1 et 2 font l'objet d'un nouvel examen trois ans au plus tard après leur publication afin de décider éventuellement de leur transformation en Normes internationales. Les rapports techniques du type 3 ne doivent pas nécessairement être révisés avant que les données fournies ne soient plus jugées valables ou utiles.

L'ISO/TR 9769, rapport technique du type 3, a été élaboré conjointement par le comité technique ISO/TC 17, *Acier*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO/TR 9769:1988), dont elle constitue une révision mineure.

Les annexes A et B du présent Rapport technique sont données uniquement à titre d'information.

© ISO 1990

Droits de reproduction réservés. 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'éditeur.

Organisation internationale de normalisation
Case postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse

Imprimé en Suisse

Aciers et fontes — Vue d'ensemble des méthodes d'analyse disponibles

1 Objet et domaine d'application

Le présent Rapport technique vise à faciliter la référence à la (aux) norme(s) internationale(s) disponible(s) pour le dosage de l'(des) élément(s) requis dans les aciers et fontes.

Dans ce présent Rapport technique sont exposés le domaine d'application, la méthode de dosage (principe) et les données de fidélité (voir annexe informative A) de chaque norme.

2 Liste de Normes internationales

2.1 Al Aluminium

Référence	Ed	Pages	Titre
ISO 9658:1990		11	Aciers - Dosage de l'aluminium - Méthode par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme

2.2 As Arsenic

à préparer

2.3 B Bore

en cours de préparation

2.4 Bi Bismuth

à préparer

2.5 C Carbone

ISO 437:1982		4	Aciers et fontes - Dosage du carbone total - Méthode gravimétrique après combustion
ISO/TR 4830-1 :1978		6	Acier - Dosage du carbone en faibles teneurs - Partie I: Méthode manométrique (basse pression)
ISO/TR 4830-2 :1978		10	Acier - Dosage du carbone en faibles teneurs - Partie II: Méthode titrimétrique après combustion
ISO/TR 4830-3 :1978		8	Acier - Dosage du carbone en faibles teneurs - Partie III: Méthode conductimétrique après combustion
ISO/TR 4830-4 :1978		8	Acier - Dosage du carbone en faibles teneurs - Partie IV: Méthode coulométrique après combustion
ISO 9556:1989		8	Aciers et fontes - Dosage du carbone total - Méthode par absorption dans l'infrarouge après combustion dans un four à induction

2.6 Ca Calcium

en cours de préparation

2.7 Ce Cérium

à préparer

2.8 Co Cobalt

à préparer

2.9 Cr Chrome

Référence	Ed	Pages	Titre
ISO 4936:1984		3	Aciers et fontes - Dosage du chrome - Méthode spectrophotométrique à la diphénylcarbazide
ISO 4937:1986		8	Aciers et fontes - Dosage du chrome - Méthode par titrage potentiométrique ou visuel

2.10 Cu Cuivre

ISO 4943:1985		6	Aciers et fontes - Dosage du cuivre - Méthode par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme
ISO 4946:1984 (Corrigée et réimprimée:1986)		6	Aciers et fontes - Dosage du cuivre - Méthode spectrophotométrique au 2,2'-biquinolyle

2.11 Mg Magnésium

à préparer

2.12 Mn Manganèse

ISO 629:1982		4	Aciers et fontes - Dosage du manganèse - Méthode spectrophotométrique
--------------	--	---	---

2.13 Mo Molybdène

ISO 4941:1978		4	Aciers et fontes - Dosage du molybdène - Méthode photométrique
---------------	--	---	--

2.14 N Azote

Référence	Ed	Pages	Titre
ISO 4945:1977		6	Acier - Dosage de l'azote - Méthode spectrophotométrique

2.15 Nb Niobium

ISO 9441:1988		6	Aciers - Dosage du niobium - Méthode spectrophotométrique au PAR
---------------	--	---	--

2.16 Ni Nickel

ISO 4938:1988		8	Aciers et fontes - Dosage du nickel - Méthode gravimétrique ou titrimétrique
ISO 4939:1984 (Corrigée et réimprimée:1986)		6	Aciers et fontes - Dosage du nickel - Méthode spectrophotométrique à la diméthylglyoxime
ISO 4940:1985		7	Aciers et fontes - Dosage du nickel - Méthode par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme

2.17 O Oxygène

à préparer

2.18 P Phosphore

ISO 2732:1984	2	3	Aciers et fontes - Dosage du phosphore - Méthode spectrophotométrique au phosphovanadomolybdate
---------------	---	---	---

2.19 Pb Plomb

à préparer

2.20 S Soufre

Référence	Ed	Pages	Titre
ISO 671:1982		5	Aciers et fontes - Dosage du soufre - Méthode titrimétrique après combustion
ISO 4934:1980		5	Aciers et fontes - Dosage du soufre - Méthode gravimétrique
ISO 4935:1989		7	Aciers et fontes - Dosage du soufre - Méthode par absorption dans l'infrarouge après combustion dans un four à induction

2.21 Sb Antimoine

en cours de préparation

2.22 Si Silicium

ISO 439:1982		3	Aciers et fontes - Dosage du silicium total - Méthode gravimétrique
ISO 4829-1:1986		7	Aciers et fontes - Dosage du silicium total - Méthode spectrophotométrique au molybdosilicate réduit - Partie 1: Teneurs en silicium entre 0,05 et 1,0 %
ISO 4829-2:1988		5	Aciers et fontes - Dosage du silicium total - Méthode spectrophotométrique au molybdosilicate réduit - Partie 2: Teneurs en silicium entre 0,01 et 0,05 %

2.23 Sn Etain

à préparer

2.24 Ta Tantale

à préparer

2.25 Ti Titane

en cours de préparation

2.26 **V** Vanadium

Référence	Ed	Pages	Titre
ISO 4942:1988		6	Aciers et fontes - Dosage du vanadium - Méthode spectrophotométrique au N-BPHA
ISO 4947:1986		6	Aciers et fontes - Dosage du vanadium - Méthode par titrage potentiométrique
ISO 9647:1989		8	Aciers et fontes - Dosage du vanadium - Méthode par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme

2.27 **W** Tungstène

à préparer

2.28 **Zr** Zirconium

à préparer

3 Résumé de méthodes

3.1 Al Aluminium

3.1.1 ISO 9658: 1989, Spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme

(1) Domaine d'application

Dosage de l'aluminium soluble dans l'acide et/ou l'aluminium total comprises entre 0,005 % (m/m) et 0,20 % (m/m) dans les aciers non alliés

(2) Définition

Pour cette méthode, l'aluminium soluble dans l'acide est défini comme l'aluminium mis en solution dans le mélange d'acides chlorhydrique et nitrique spécifié du mode opératoire.

(3) Principe

Mise en solution d'une prise d'essai dans les acides chlorhydrique et nitrique dilués

Fusion du résidu insoluble dans l'acide à l'aide d'un mélange d'acide orthoborique et de carbonate de potassium

Nébulisation de la solution dans une flamme monoxyde de diazote et d'acétylène

Mesure spectrométrique de l'absorption à la longueur d'onde de 309,3 nm de la raie spectrale émise par la lampe à cathode creuse à l'aluminium

(4) Fidélité: voir l'annexe informative A.

Figure A.1.1; Fidélité pour le dosage de l'aluminium soluble
Figure A.1.2; Fidélité pour le dosage de l'aluminium total

3.2 As Arsenic

à préparer

3.3 B Bore

en cours de préparation

3.4 Bi Bismuth

à préparer

3.5 C Carbone

3.5.1 ISO 437: 1982, Méthode gravimétrique après combustion

(1) Domaine d'application

Dosage du carbone comprises égales ou supérieures à 0,1 % (m/m) dans les aciers et les fontes

(2) Principe

Combustion de la prise d'essai à une température élevée (1 200°C à 1 350°C) dans un courant d'oxygène pur, si nécessaire, en présence d'un fondant et transformation du carbone en dioxyde de carbone

Absorption par de l'amiante sodée contenue dans des blocs absorbeurs tarés, du dioxyde de carbone entraîné par un courant d'oxygène, et détermination de l'augmentation de masse

3.5.2 ISO/TR 4830-1: 1978, Partie I: Méthode manométrique (basse pression) après combustion

(1) Domaine d'application

Dosage du carbone comprises entre 0,002 % (m/m) et 0,1 % (m/m) dans les aciers

(2) Principe

Combustion d'une prise d'essai à température élevée (1 200°C à 1 350°C, selon la qualité du matériau) dans un courant d'oxygène pur et transformation du carbone en dioxyde de carbone

Entraînement du dioxyde de carbone par le courant d'oxygène, élimination des oxydes de soufre et de la vapeur d'eau, puis séparation du dioxyde de carbone par solidification dans une trappe réfrigérée par immersion dans de l'oxygène liquide

Vaporisation du dioxyde de carbone, après élimination de l'oxygène du système de mesure par élévation de la température, dans une capacité de volume connu dans laquelle on a préalablement fait le vide

Déduction de la teneur en carbone de la prise d'essai de la mesure de la pression dans la capacité étalonnée préalablement à l'aide de volumes connus de dioxyde de carbone

3.5.3 ISO/TR 4830-2: 1978, Partie II: Méthode titrimétrique après combustion

(1) Domaine d'application

Dosage du carbone comprises entre 0,005 % (m/m) et 0,1 % (m/m) dans les aciers

(2) Principe

Combustion d'une prise d'essai dans un four électrique à résistance dans un courant d'oxygène, en présence d'un fondant qui favorise la combustion, transformation du carbone en dioxyde de carbone, qui est absorbé dans un mélange de pyridine et d' amino-1 éthanol-2, et qui est en même temps titré en présence de bleu de thymol comme indicateur

Calcul de la teneur en carbone à partir de la consommation en solution titrée

Cette solution est étalonnée par rapport à du carbonate de calcium (étalon primaire), qui est chauffé à une température comprise entre 1 250°C et 1 400°C dans le même four à tube de combustion.

3.5.4 ISO/TR 4830-3: 1978, Partie III: Méthode conductimétrique après combustion

(1) Domaine d'application

Dosage du carbone comprises entre 0,005 % (m/m) et 0,1 % (m/m) dans les aciers

(2) Principe

Combustion d'une prise d'essai à température élevée (> 1 250°C) dans un courant d'oxygène pur et transformation du carbone en dioxyde de carbone

Entraînement du dioxyde de carbone par le courant d'oxygène, séparation du dioxyde de carbone des autres oxydes volatils et absorption du dioxyde de carbone par une solution diluée d'hydroxyde de sodium

Déduction de la teneur en carbone de la prise d'essai de la mesure de la variation de conductivité de la solution d'hydroxyde de sodium par rapport à une référence

3.5.5 ISO/TR 4830-4: 1978, Partie IV: Méthode coulométrique après combustion

(1) Domaine d'application

Dosage du carbone comprises entre 0,005 % (m/m) et 0,1 % (m/m) dans les aciers

(2) Principe

Combustion d'une prise d'essai à température élevée (> 1 250°C; voir la note) dans un courant d'oxygène pur et transformation du carbone en dioxyde de carbone

Entraînement du dioxyde de carbone par le courant d'oxygène et séparation du dioxyde de carbone des autres oxydes volatils

Absorption du dioxyde de carbone dans une solution d'hydroxyde de baryum contenant du perchlorate de baryum: au cours de l'absorption, rétablissement de la concentration initiale en hydroxyde de baryum par électrolyse du perchlorate de baryum, la variation du pH étant suivie à l'aide d'un pH-mètre

Mesurage de la quantité d'électricité nécessaire au rétablissement du pH initial, permettant de connaître la quantité d'hydroxyde de baryum formée, donc la quantité de dioxyde de carbone neutralisée

Le pH de la solution absorbante doit toujours être maintenu égal ou supérieur à 9,0.

NOTE - Certains types d'appareils sont incapables d'obtenir la température de 1 250°C nécessaire pour satisfaire aux exigences de la présente partie du rapport technique.

3.5.6 ISO 9556: 1989, Méthode par absorption dans l'infrarouge après combustion dans un four à induction

(1) Domaine d'application

Dosage du carbone comprises entre 0,003 % (m/m) et 4,5 % (m/m) dans les aciers et fontes

(2) Principe

Combustion d'une prise d'essai dans un courant d'oxygène porté à haute température dans un four à induction en présence d'accélérateurs et transformation du carbone en dioxyde de carbone et/ou monoxyde de carbone

Mesure de l'absorption du dioxyde de carbone et/ou monoxyde de carbone dans l'infrarouge dans un courant d'oxygène

(3) Fidélité: voir l'annexe informative A.

Figure A.5.1; Fidélité pour le dosage du carbone total par l'ISO 9556

3.6 Ca Calcium

en cours de préparation

3.7 Ce Cérium

à préparer

3.8 Co Cobalt

à préparer

3.9 Cr Chrome

3.9.1 ISO 4936: 1984, Méthode spectrophotométrique à la diphénylcarbazine

(1) Domaine d'application

Dosage du chrome comprises entre 0,01 % (m/m) et 0,25 % (m/m) dans les aciers et fontes

(2) 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

3.9.2 ISO 4937: 1986, Méthode par titrage potentiométrique ou visuel

(1) Domaine d'application

Dosage du chrome comprises entre 0,25 % (m/m) et 35 % (m/m) dans les aciers et fontes

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

(2) Principe

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

Oxydation du chrome en milieu acide en 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

(3) Fidélité: voir l'annexe informative A.

Figure A.9.1 et A.9.2; Fidélité pour le dosage du chrome par l'ISO 4937