

NORME  
INTERNATIONALE

ISO  
10714

Première édition  
1992-05-15

---

---

**Aciers et fontes — Dosage du phosphore —  
Méthode par spectrophotométrie au  
phosphovanadomolybdate**

iTeh STANDARD PREVIEW

*(standards.iteh.ai)*  
*Steel and iron — Determination of phosphorus content —  
Phosphovanadomolybdate spectrophotometric method*

ISO 10714:1992

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/460964f5-bd04-4f68-a530-07392adaf541/iso-10714-1992>



Numéro de référence  
ISO 10714:1992(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 vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 10714 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 17, *Acier*, sous-comité SC 1, *Méthodes de détermination de la composition chimique*. <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/460964f5-bd04-4f68-a530-07392adaf541/iso-10714-1992>

La publication de cette Norme internationale entraîne l'annulation de l'ISO 2732:1984.

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

# Aciers et fontes — Dosage du phosphore — Méthode par spectrophotométrie au phosphovanadomolybdate

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode de dosage par spectrophotométrie du phosphore dans les aciers et fontes avec les limites suivantes.

La méthode est applicable aux teneurs en phosphore comprises entre 0,001 0 % (m/m) et 1,0 % (m/m).

L'arsenic, l'hafnium, le niobium, le tantale, le titane et le tungstène interfèrent sur le dosage du phosphore, mais les interférences peuvent être compensées partiellement par complexation et en utilisant de petites quantités de prise d'essai. En fonction de la concentration des éléments interférants, les domaines d'application et les prises d'essai données au tableau 1 s'appliquent.

La limite inférieure du domaine d'application ne peut être atteinte qu'avec des échantillons d'essai ayant une faible concentration en éléments interférants.

## 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 pu-

blication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente 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 377-2:1989, *Prélèvement et préparation des échantillons et éprouvettes en aciers corroyés — Partie 2: Échantillons pour la détermination de la composition chimique.*

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 3696:1987, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai.*

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

Tableau 1

Concentration maximale en éléments interférants, % (m/m)						Prise d'essai g	Domaine d'application, Δw <sub>p</sub> % (m/m)
As	Hf	Nb	Ta	Ti	W		
0,05	0,1	1	0,1	2	2	1,0	0,001 à 0,010
0,2	0,5	5	0,5	10	8	0,25	0,005 à 0,040
0,5	1,5	10	1,0	25	25	0,10	0,010 à 0,100
0,2	0,5	5	0,5	10	8	0,25	0,100 à 1,00

### 3 Principe

Dissolution d'une prise d'essai dans un mélange d'acides oxydants.

Évaporation à fumées perchloriques et élimination du chrome en chlorure de chromyle volatil.

Complexation du silicium et d'éléments réfractaires avec l'acide fluorhydrique et complexation de l'excès d'acide fluorhydrique avec l'acide orthoborique.

Conversion du phosphore en phosphovanadomolybdate dans une solution d'acides perchlorique et nitrique.

Extraction du phosphovanadomolybdate par le méthyl-4 pentanone-2 en présence d'acide citrique pour complexer l'arsenic.

Mesurages spectrophotométriques à une longueur d'onde de 355 nm.

### 4 Réactifs

Au cours de l'analyse, sauf indication contraire, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau de qualité 2 spécifiée dans l'ISO 3696.

Vérifier pour l'essai à blanc (7.2) que les réactifs sont exempts de phosphore ou de concentration en phosphore très faible. Si nécessaire, les résultats doivent être corrigés en conséquence. Les réactifs donnant de fortes valeurs à blanc, supérieures à 10 µg, sont impropres et doivent être éliminés.

**4.1 Acide chlorhydrique**,  $\rho$  1,19 g/ml environ.

**4.2 Acide nitrique**,  $\rho$  1,40 g/ml environ.

**4.3 Acide nitrique**,  $\rho$  1,40 g/ml environ, dilué 1 + 4.

**4.4 Acide perchlorique**,  $\rho$  1,54 g/ml environ.

**4.5 Acide fluorhydrique**, 40 % (m/m),  $\rho$  1,14 g/ml environ.

**4.6 Acide citrique**, solution.

Dissoudre 500 g d'acide citrique monohydrate ( $H_8C_6O_7 \cdot H_2O$ ) dans l'eau, diluer à 1 000 ml et homogénéiser.

**4.7 Méthyl-4 pentanone-2** (isobutyl méthyl cétone).

Un même lot de méthyl-4 pentanone-2 doit être utilisé pour analyser une série d'échantillons.

**4.8 Heptamolybdate d'hexaammonium**, solution

Dissoudre 150 g d'heptamolybdate d'hexaammonium tétrahydrate  $[(NH_4)_6Mo_7O_{24} \cdot 4H_2O]$  dans de l'eau, diluer à 1 000 ml et homogénéiser.

Cette solution doit être fraîchement préparée tous les jours.

Une valeur à blanc instable et forte peut être attribuée à ce réactif en particulier. Si tel est le cas, changer de lot.

**4.9 Métavanadate d'ammonium**, solution.

Dissoudre 2,5 g de métavanadate d'ammonium ( $NH_4VO_3$ ) dans de l'eau, diluer à 1 000 ml et homogénéiser.

**4.10 Nitrite de sodium**, solution.

Dissoudre 50 g de nitrite de sodium ( $NaNO_2$ ) dans de l'eau, diluer à 1 000 ml et homogénéiser.

**4.11 Acide tétrafluoroborique**, solution

Dissoudre 75 g d'acide orthoborique ( $H_3BO_3$ ) dans 600 ml d'eau dans un béccher en plastique. Ajouter 50 ml d'acide fluorhydrique (4.5), diluer à 1 000 ml avec de l'eau et homogénéiser. La solution peut être légèrement chauffée si l'acide orthoborique tend à se cristalliser.

Conservé la solution dans une bouteille en plastique.

**4.12 Phosphore**, solutions étalons.

**4.12.1 Solution mère**, correspondant à 1 g de P par litre.

Peser, à 0,000 1 g près, 4,393 6 g de dihydrogéo-orthophosphate de potassium ( $KH_2PO_4$ ) préalablement séché à 110 °C jusqu'à masse constante et refroidi dans un dessiccateur.

Transférer dans une fiole jaugée de 1 000 ml, dissoudre dans l'eau, diluer au volume et homogénéiser.

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

**4.12.2 Solution étalon**, correspondant à 10 mg de P par litre.

Transférer 10,0 ml de la solution mère (4.12.1) dans une fiole jaugée de 1 000 ml, diluer au volume avec de l'eau et homogénéiser.

Préparer cette solution étalon immédiatement avant l'emploi.

1 ml de cette solution étalon contient 10 µg de P.

## 5 Appareillage

Toute la verrerie jaugée doit être de qualité A, conformément à l'ISO 385-1, l'ISO 648 ou l'ISO 1042, selon le cas.

Matériel courant de laboratoire, et

**5.1 Spectrophotomètre**, équipé pour mesurer des absorbances à une longueur d'onde de 355 nm.

En utilisant la largeur de fente recommandée par le fabricant et le méthyl-4 pentanone-2 (4.7) comme solution de compensation, mesurer l'absorbance de la solution à blanc colorée extraite (voir 7.3.2) à une longueur d'onde d'environ 340 nm. Puis augmenter graduellement la longueur d'onde jusqu'à ce que l'absorbance maximum soit obtenue (cela a lieu généralement à une longueur d'onde de 355 nm, voir note 1). Utiliser cette longueur d'onde pour le dosage.

NOTE 1 355 nm n'est pas la longueur d'onde maximale du spectre d'absorption du complexe. Il n'est pas possible d'utiliser le maximum, puisque le méthyl-4 pentanone-2 commence à absorber la lumière à la longueur d'onde plus courte où est le maximum. 355 nm est choisi pour donner l'absorption la plus haute sans donner les valeurs d'absorption négative pour faible concentration due à l'absorption de lumière du dissolvant.

**5.2 Bêchers en polytétrafluoroéthylène (PTFE), ou en perfluoroalkoxy (PFA)** (voir note 2), avec base en graphite.

Laver soigneusement les bêchers avant l'analyse en les remplissant d'acide chlorhydrique,  $\rho$  1,19 g/ml environ, dilué 1 + 1 et en faisant bouillir pendant 2 min environ, puis bien les rincer avec l'eau.

NOTE 2 Les bêchers en PFA sont recommandés dans la présente Norme internationale. Ils sont spécialement fabriqués pour supporter les fumées d'acides jusqu'à 280 °C.

**5.3 Source de chaleur**, avec une température de surface contrôlable.

## 6 Échantillonnage

Effectuer l'échantillonnage conformément aux spécifications de l'ISO 377-2 ou des normes nationales appropriées aux aciers et aux fontes.

## 7 Mode opératoire

### 7.1 Prise d'essai

Peser, à 0,1 mg près, une prise d'essai de l'échantillon conformément au tableau 2.

ISO 10714:1992  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso-10714-1992/60964f5-bd04-4f68-a530-07392adaf541/iso-10714-1992>  
**Tableau 2**

Teneur attendue en phosphore % (m/m)	Concentration maximale en éléments interférants, % (m/m)						Prise d'essai g
	As	Hf	Nb	Ta	Ti	W	
0,001 à 0,005	0,05	0,1	1	0,1	2	2	1,0
0,005 à 0,010	0,05	0,1	1	0,1	2	2	1,0
	0,2	0,5	5	0,5	10	8	0,25
0,010 à 0,040	0,2	0,5	5	0,5	10	8	0,25
	0,5	1,5	10	1,0	25	25	0,10
0,010 à 0,100	0,5	1,5	10	1,0	25	25	0,10
0,100 à 1,00	0,2	0,5	5	0,5	10	8	0,25

## 7.2 Essai à blanc

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

## 7.3 Dosage

### 7.3.1 Préparation de la solution d'essai

#### 7.3.1.1 Concentrations en phosphore jusqu'à 0,1 % (m/m)

Placer la prise d'essai (7.1) dans un bécher (5.2). Ajouter 5 ml d'acide nitrique (4.2) et 5 ml d'acide chlorhydrique (4.1). Pour les échantillons contenant de fortes quantités de niobium et/ou de tantale, ajouter aussi 7 ml d'acide fluorhydrique (4.5). Couvrir le bécher avec un verre de montre en PTFE et chauffer sur la source de chaleur (5.3) doucement, jusqu'à cessation de la réaction.

Enlever le verre de montre et ajouter 10 ml d'acide perchlorique (4.4). Replacer le verre de montre en laissant une petite ouverture pour permettre aux fumées de s'échapper et pour évaporer jusqu'à fumées blanches intenses. Maintenir les fumées jusqu'à ce qu'il n'y ait plus de gouttelettes sur le verre de montre. Pour des échantillons contenant plus de 0,1 % (m/m) de chrome, éliminer le chrome comme suit.

En laissant le bécher contenant la solution, partiellement recouvert avec le verre de montre, après que le chrome soit totalement oxydé, ajouter de l'acide chlorhydrique (4.1) goutte à goutte à la solution fumante, jusqu'à ce qu'il ne se dégage plus de fumées colorées. Poursuivre alors le stade des fumées pour oxyder le chrome restant.

Répéter le traitement jusqu'à ce qu'il n'y ait plus de fumées colorées en jaune quand on ajoute de l'acide chlorhydrique (4.1).

Après avoir porté à fumée, ajouter 25 ml d'acide nitrique (4.3) et 6 ml d'acide fluorhydrique (4.5) et faire bouillir la solution pendant 8 min à 10 min pour dissoudre tout le précipité. S'il reste du précipité après l'ébullition, ajouter 2 ml supplémentaires d'acide fluorhydrique (4.5) et refaire bouillir. Si le précipité ne se dissout toujours pas, ou si un précipité apparaît à un stade ultérieur, répéter le dosage en utilisant une masse inférieure de prise d'essai.

Ajouter 10 ml de solution de nitrite de sodium (4.10) pour réduire tout le dichromate qui n'aurait pas été transformé en chlorure de chromyle et continuer à faire bouillir la solution pendant 10 min pour éliminer les vapeurs nitreuses. Pendant l'ébullition, laver les parois du bécher plusieurs fois avec de l'eau.

Laisser la solution refroidir un peu et ajouter 40 ml de solution d'acide tétrafluoroborique (4.11). Refroidir la solution entre 20 °C et 30 °C en 10 min et procéder immédiatement au développement de la couleur (voir 7.3.2), en évitant tout délai qui pourrait permettre aux oxydes de reprécipiter.

#### 7.3.1.2 Concentrations en phosphore supérieures à 0,1 % (m/m)

Suivre le mode opératoire spécifié au premier alinéa de 7.3.1.1.

Diluer à environ 100 ml avec de l'eau. Refroidir et filtrer, si nécessaire, pour éliminer le graphite.

Transférer la solution d'essai quantitativement dans une fiole jaugée de 200 ml en plastique, diluer au volume avec de l'eau et homogénéiser.

Prélever, à l'aide d'une pipette, un volume convenable ( $V$ ) de la solution ne contenant pas plus de 0,1 mg de phosphore et le transférer dans un bécher (5.2).

Procéder comme spécifié en 7.3.1.1 à partir du second alinéa commençant à «ajouter 10 ml d'acide perchlorique (4.4)...».

### 7.3.2 Développement de la coloration et extraction

Ajouter 10,0 ml de solution de métavanadate d'ammonium (4.9) et 15,0 ml de solution d'heptamolybdate d'hexaammonium (4.8) et laisser reposer à une température comprise entre 18 °C et 25 °C pendant un minimum de 7 min, mais pas plus de 15 min.

Transférer la solution dans une ampoule à décanter de 250 ml. Ajouter 10 ml de solution d'acide citrique (4.6), homogénéiser et ajouter immédiatement 40,0 ml de méthyl-4 pentanone-2 (4.7), et agiter l'ampoule pendant 30 s.

Laisser les deux phases se séparer et rejeter la phase inférieure (aqueuse).

Sécher l'intérieur du tube de soutirage de l'ampoule à décanter avec un petit morceau de papier-filtre. Filtrer la phase contenant le méthyl-4 pentanone-2 à travers un papier-filtre rapide sec dans un petit bécher sec. Procéder immédiatement aux mesurages spectrophotométriques (voir 7.3.3).

### 7.3.3 Mesurages spectrophotométriques

Effectuer les mesurages spectrophotométriques de la solution d'essai (voir 7.3.2) à température constante ( $\pm 1$  °C) entre 18 °C et 25 °C à une longueur d'onde de 355 nm avec une cellule de 1 cm de parcours optique, après avoir ajusté le zéro d'absorbance du spectrophotomètre (5.1) sur la solution de compensation de méthyl-4 pentanone-2 (4.7).

## 7.4 Établissement de la courbe d'étalonnage

### 7.4.1 Préparation des solutions d'étalonnage

Introduire dans une série de 5 béchers (5.2) les volumes de la solution étalon de phosphore (4.12.2) conformément au tableau 3.

Tableau 3

Volume de solution étalon de phosphore (4.12.2) ml	Masse correspondante de phosphore dans la solution de mesure µg
0 <sup>1)</sup>	0
2,5	25
5,0	50
7,5	75
10,0	100

1) Terme zéro

Traiter les solutions conformément à 7.3.1 et 7.3.2.

### 7.4.2 Mesurages spectrophotométriques

Effectuer les mesurages spectrophotométriques de chaque solution à une longueur d'onde de 355 nm après avoir ajusté le spectrophotomètre (5.4) à l'absorbance zéro correspondant à la méthyl-4-pentanone-2 (4.7).

### 7.4.3 Tracé de la courbe d'étalonnage

Soustraire l'absorbance de la solution de terme zéro de l'absorbance de chaque solution contenant du phosphore et préparer la courbe d'étalonnage en traçant l'absorbance nette en fonction de la masse de phosphore, exprimée en microgrammes, dans les solutions de mesure.

## 8 Expression des résultats

### 8.1 Méthode de calcul

Convertir l'absorbance mesurée en 7.3.3 en masse correspondante de phosphore, exprimée en microgrammes de la solution d'essai extraite en utilisant la courbe d'étalonnage (voir 7.4.3).

La teneur en phosphore,  $w_p$ , exprimée en pourcentage en masse, est donnée par l'équation

$$w_p = (m_{p,1} - m_{p,0}) \times \frac{1}{10^6} \times D \times \frac{100}{m}$$

$$= (m_{p,1} - m_{p,0}) \times \frac{D}{10^4 m}$$

où

$m_{p,0}$  est la masse, exprimée en microgrammes, de phosphore de l'essai à blanc;

$m_{p,1}$  est la masse, exprimée en microgrammes, de phosphore dans la solution d'essai;

$D$  est le facteur de dilution [pour les teneurs en phosphore jusqu'à 0,1 % (m/m),  $D = 1$  et pour les teneurs en phosphore supérieurs à 0,1 % (m/m)  $D = 200/V$ ];

$V$  est le volume, exprimé en millilitres, d'aliquote de la solution d'essai ne contenant pas plus de 0,1 mg de phosphore (voir 7.3.1.2);

$m$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai (7.1).

### 8.2 Fidélité

L'essai planifié de cette méthode a été effectué par 20 laboratoires avec huit niveaux de phosphore, chaque laboratoire effectuant trois dosages (voir notes 3 et 4) du phosphore pour chaque niveau.

Les échantillons pour essai utilisés sont indiqués au tableau A.1.

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

Les données obtenues ont montré une relation logarithmique entre la teneur en phosphore et la répétabilité ( $r$ ) et reproductibilité ( $R$  et  $R_w$ ) des résultats d'essai (voir note 5) comme indiqué au tableau 4. La représentation graphique des données est indiquée à la figure B.1.

#### NOTES

3 Deux des trois dosages ont été effectués dans les conditions de répétabilité comme définies dans l'ISO 5725, c'est-à-dire un opérateur, le même appareillage, des conditions opératoires identiques (même étalonnage) et une période de temps minimale.

4 Le troisième dosage a été effectué à un moment différent (jour différent) par le même opérateur, comme décrit en note 3, en utilisant le même appareillage avec un nouvel étalonnage.

5 À partir des valeurs obtenues le 1er jour, la répétabilité ( $r$ ) et la reproductibilité ( $R$ ) ont été calculées selon la procédure prescrite dans l'ISO 5725. À partir de la première valeur obtenue le 1er jour et le résultat obtenu le 2e jour, la reproductibilité intralaboratoire ( $R_w$ ) a été calculée.

Tableau 4

Teneur en phosphore % (m/m)	Répétabilité <i>r</i>	Reproductibilité	
		<i>R</i>	<i>R<sub>w</sub></i>
0,001	0,000 16	0,000 40	0,000 35
0,002	0,000 30	0,000 73	0,000 62
0,005	0,000 67	0,001 61	0,001 30
0,01	0,001 22	0,002 93	0,002 28
0,02	0,002 23	0,005 32	0,003 99
0,05	0,004 98	0,011 7	0,008 38
0,1	0,009 12	0,021 2	0,014 7
0,2	0,016 7	0,038 6	0,025 8
0,5	0,037 2	0,084 8	0,054 1
1,0	0,068 2	0,154	0,094 8

## 9 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

- a) tous les renseignements nécessaires à l'identification de l'échantillon, le laboratoire et la date de l'analyse;
- b) la méthode employée, par référence à la présente Norme internationale;

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

d) le compte rendu de tout détail particulier éventuellement relevé au cours du dosage;

e) le compte rendu de toute opération non prévue dans la présente Norme internationale, ou de toute opération facultative ayant pu avoir une influence sur le résultat.

ISO 10714:1992

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/460964f5-bd04-4f68-a530-07392adaf541/iso-10714-1992>



## Annexe A (informative)

### Renseignements supplémentaires sur les essais coopératifs internationaux

Le tableau 4 a été établi à partir des résultats des essais analytiques internationaux effectués en 1989 sur deux échantillons de fer pur et quatre échantillons d'acier et deux échantillons de fonte moulée dans douze pays, soit au total 20 laboratoires.

Les résultats des essais ont été reproduits dans le document ISO/TC 17/SC 1 N 835, mars 1990. La représentation graphique des données sur la fidélité a été indiquée dans l'annexe B.

Les échantillons pour essai utilisés sont donnés dans le tableau A.1.

**Tableau A.1**

Échantillon	Teneur en phosphore % (m/m)			Fidélité		
	Certifiée	Dosée		Répétabilité <i>r</i>	Reproductibilité	
		$\bar{w}_{p,1}$	$\bar{w}_{p,2}$		<i>R</i>	<i>R<sub>w</sub></i>
AMKO iron (Fer pur)	< 0,000 2 <sup>1)</sup>	0,000 27	0,000 25	0,000 25	0,000 53	0,000 31
JSS 003-1 (Fer pur)	0,001 1	0,001 10	0,001 12	0,000 34	0,000 48	0,000 51
Sandvik 1 (Alliage 800)	0,009 <sup>1)</sup>	0,005 34	0,005 19	0,000 44	0,001 38	0,001 35
JK 8F (Acier inox. austénitique)	0,017 6	0,016 3	0,016 2	0,001 52	0,002 98	0,002 73
Sandvik 2 (Acier inox. austénitique)	0,022 <sup>1)</sup>	0,018 6	0,018 8	0,001 56	0,005 78	0,002 33
BCS 485 (Acier à outil)	0,046	0,045 7	0,045 4	0,004 80	0,015 0	0,007 70
ECRM 484-1 (Fonte moulée)	0,121	0,114 0	0,115 2	0,009 95	0,032 9	0,024 8
ECRM 486-1 (Fonte moulée)	1,00	0,971	0,979	0,090 7	0,117	0,094 1

$\bar{w}_{p,1}$  : moyenne générale sur 1 jour  
 $\bar{w}_{p,2}$  : moyenne générale sur 2 jours

1) Valeur non certifiée