NORME INTERNATIONALE

ISO 10720

Première édition
1997-08-15

Aciers et fontes — Dosage de l'azote — Méthode par conductibilité thermique après fusion sous un courant de gaz inerte

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Steel and iron — Determination of nitrogen content — Thermal conductimetric method after fusion in a current of inert gas

ISO 10720:1997
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/eb1f6e50-b0b5-484b-a959-2d0bad785fdb/iso-10720-1997

Numéro de référence
ISO 10720:1997(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 10720 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 17, *Acier*, sous-comité SC 1, *Méthodes de détermination de la composition chimique*.

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

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 10720:1997
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/eb1f6e50-b0b5-484b-a959-2d0bad785fdb/iso-10720-1997

© ISO 1997

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, 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
Internet central@iso.ch
X.400 c=ch; a=400net; p=iso; o=isocs; s=central

Imprimé en Suisse

Aciers et fontes — Dosage de l'azote — Méthode par conductibilité thermique après fusion sous un courant de gaz inerte

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode par conductibilité thermique après fusion sous gaz inerte pour le dosage de l'azote dans les aciers et les fontes.

La méthode est applicable pour des teneurs en azote comprises entre 0,000 8 % (*m/m*) et 0,5 % (*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, 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.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 10720:1997
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/eb1f6e50-b0b5-484b-a959-2d0bad78f5ff/iso-10720-1997

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

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

ISO 1042:—[1], *Verrerie de laboratoire — Fioles jaugées à un trait.*

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

ISO 5725-1:1994, *Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure — Partie 1: Principes généraux et définitions.*

ISO 5725-2:1994, *Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure — Partie 2: Méthode de base pour la détermination de la répétabilité et de la reproductibilité d'une méthode de mesure normalisée.*

ISO 5725-3:1994, *Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure — Partie 3: Mesures intermédiaires de la fidélité d'une méthode de mesure normalisée.*

ISO 14284:1996, *Fontes et aciers — Prélèvement et préparation des échantillons pour la détermination de la composition chimique.*

---

[1] À publier. (Révision de l'ISO 1042:1983)

3 Principe

Fusion d'une prise d'essai dans un creuset en graphite à usage unique sous un courant d'hélium à une haute température (par exemple 2 200 °C). Extraction de l'azote présent sous forme d'azote moléculaire par entraînement sous un courant d'hélium.

Séparation de l'azote des autres gaz extraits et mesurage par conductibilité thermique.

4 Réactifs

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

4.1 **Eau**, préparée juste avant emploi.

4.2 **Hélium**, de haute pureté, de teneur totale en impuretés de 0,000 5 % (*m/m*).

Un tube contenant un réactif d'oxydation ou catalyseur d'oxydation [oxyde de cuivre(II) ou platine] chauffé à une température supérieure à 450 °C doit être placé avant l'unité de purification chaque fois que la présence de contaminants organiques est suspectée dans l'hélium.

4.3 **Fer pur**, de teneur en azote faible connue inférieure à 0,001 % (*m/m*).

4.4 **Oxyde de cuivre(II)**, sur support granulé.

4.5 **Perchlorate de magnésium anhydre** [$Mg(ClO_4)_2$], de granulométrie comprise entre 1,2 mm et 2,0 mm, ou **sulfate de calcium anhydre**, de granulométrie comprise entre 0,60 mm et 0,85 mm.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

4.6 **Hydroxyde de sodium**, sur support granulé, de granulométrie comprise entre 0,7 mm et 1,2 mm.

4.7 **Solvant convenable**, approprié au lavage des échantillons souillés de graisse ou sales, par exemple acétone.

ISO 10720:1997
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/eb1f6e50-b0b5-484b-a959-2d0bad785fdb/iso-10720-1997

4.8 **Nitrate de potassium**, solution étalon.

Après séchage entre 100 °C et 105 °C pendant 2 h et refroidissement dans un dessiccateur, peser, à 0,1 mg près, les masses de nitrate de potassium [de pureté minimale 99,9 % (*m/m*)] indiquées dans le tableau 1.

Mettre en solution le nitrate de potassium dans environ 50 ml d'eau (4.1) et transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 100 ml. Compléter au volume avec de l'eau (4.1) et homogénéiser.

1 ml de chaque solution étalon contient la masse d'azote indiquée dans le tableau 1.

5 Appareillage

Au cours de l'analyse et sauf indication contraire, utiliser uniquement du matériel courant de laboratoire.

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

L'appareillage nécessaire à la fusion de la prise d'essai, à la séparation et au mesurage de l'azote extrait, peut être obtenu dans le commerce auprès d'un certain nombre de fabricants. Suivre les recommandations de ces derniers lors de l'utilisation de l'appareillage.

Les caractéristiques des instruments du commerce sont donnés en annexe A.

Tableau 1 — Solutions étalons

Dénomination de la solution étalon	Masse de nitrate de potassium utilisée g	Concentration d'azote correspondante mg/ml
4.8.1 4.8.2 4.8.3	9,022 8 7,218 2 5,413 8	12,5 10,0 7,5
4.8.4 4.8.5 4.8.6	3,609 1 1,804 6 0,902 3	5,0 2,50 1,25
4.8.7 4.8.8 4.8.9	0,360 9 [4.8.5 × 1/10] 1) [4.8.6 × 1/10]	0,50 0,25 0,125
4.8.10	[4.8.7 × 1/10]	0,050

1) Par exemple: transvaser 10,0 ml de la solution étalon (4.8.5) dans une fiole jaugée de 100 ml. Compléter au volume avec de l'eau (4.1) et homogénéiser.

5.1 Creuset en graphite, à usage unique.

Utiliser des creusets de haute pureté adaptés à l'appareillage.

5.2 Micropipette, de 100 µl à 200 µl, d'erreur inférieure à 1 µl.

5.3 Capsule en nickel.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Par exemple d'environ 6 mm de diamètre, de 8 mm de hauteur, d'une masse de 0,2 g et de 0,23 ml de volume, ou bien d'environ 6 mm de diamètre, de 12,5 mm de hauteur, d'une masse de 0,5 g et de 0,35 ml de volume. Dans tous les cas, la teneur en azote doit être inférieure à 0,000 2 % (*m/m*).

ISO 10720:1997
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/eb1f6e50-b0b5-484b-a959-2b00ad7c85db/iso-10720-1997

5.4 Pinces à creusets, adaptées à la manipulation des creusets utilisés.

5.5 Filtres en laine de verre.

6 Échantillonnage

Effectuer l'échantillonnage conformément à l'ISO 14284 ou aux normes nationales appropriées pour les aciers et les fontes.

7 Mode opératoire

AVERTISSEMENT — Les risques entraînés par l'utilisation d'un appareillage réalisant la fusion d'une prise d'essai sont principalement des risques de brûlure. Il est donc nécessaire d'employer des pinces à creusets (5.4) et des récipients appropriés pour les creusets usagés.

7.1 Instructions générales

Tenir les filtres en laine de verre (5.5) propres. À l'aide d'un matériau de référence certifié, vérifier l'efficacité des réactifs installés (4.4, 4.5 et 4.6) et les changer si nécessaire.

Pour certains instruments, il est nécessaire de nettoyer le tube d'introduction de l'échantillon dans le four après chaque analyse afin d'éliminer les dépôts de carbone. Lorsque l'alimentation électrique a été coupée durant une longue période, laisser le temps à l'instrument de se stabiliser, conformément aux instructions du fabricant.

Après avoir changé les filtres (5.5) et/ou les réactifs (4.4, 4.5 et 4.6), ou lorsque l'appareil n'a pas fonctionné pendant un certain temps, stabiliser l'instrument en réalisant des analyses test dont les résultats ne seront pas pris en compte, puis procéder à l'étalonnage comme indiqué en 7.5 avant d'analyser l'échantillon.

Si l'instrument utilisé affiche directement le pourcentage d'azote, régler l'affichage de l'instrument comme suit en fonction de chaque gamme d'étalonnage.

Lire la teneur d'un matériau de référence certifié à haute teneur en azote à divers niveaux de sa puissance. La puissance calorifique requise pour la détermination des échantillons pour essai est celle à laquelle l'affichage se stabilise.

Pour la détermination d'un échantillon pour essai fortement allié, un matériau de référence certifié fortement allié doit être utilisé afin de connaître la puissance calorifique requise.

7.2 Prise d'essai

Dégraisser l'échantillon pour essai en le lavant à l'aide d'un solvant convenable (4.7). Évaporer les dernières traces de liquide de lavage en chauffant.

Peser, à 1 mg près, environ 1,0 g de l'échantillon pour essai pour des teneurs en azote jusqu'à 0,1 % (*m/m*) et environ 0,50 g pour des teneurs en azote supérieures à 0,1 % (*m/m*) (voir la note 1).

NOTE 1 La masse de la prise d'essai peut dépendre du type d'instrument utilisé.

7.3 Essai à blanc

Avant de procéder au dosage, réaliser à deux reprises les essais à blanc qui suivent.

7.3.1 Échantillon de teneur en azote jusqu'à 0,10 % (*m/m*)

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

7.3.1.1 À l'aide de la micropipette (5.2), transvaser 200 µl d'eau (4.1) dans une capsule en nickel (5.3) et sécher entre 90 °C et 95 °C pendant 2 h. Traiter la capsule en nickel comme spécifié en 7.4.1, mais au lieu d'introduire la prise d'essai, ajouter la quantité de fer pur (4.3) correspondant à cette prise d'essai.

ISO 10720:1997
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/eb1f6e50-b0b5-484b-a959-2d0bad785fdb/iso-10720-1997

7.3.1.2 Noter la lecture des essais à blanc obtenue et la convertir en microgrammes d'azote à l'aide de la courbe d'étalonnage (voir 7.5).

La valeur de l'essai à blanc est obtenue en soustrayant la masse d'azote dans le fer pur utilisé (4.3) de la masse d'azote des essais à blanc.

La valeur moyenne de l'essai à blanc (m_1) est calculée à partir des deux valeurs de l'essai à blanc (voir la note 2).

NOTE 2 Il est essentiel que ni la valeur moyenne de l'essai à blanc, ni la différence entre les deux valeurs de l'essai à blanc dépassent 10 µg d'azote. Si ces valeurs sont anormalement élevées, il convient de rechercher et d'éliminer la source de contamination.

7.3.2 Échantillon de teneur en azote comprise entre 0,10 % (*m/m*) et 0,50 % (*m/m*)

À l'aide de la micropipette (5.2), transvaser 200 µl d'eau (4.1) dans un creuset en graphite préalablement dégazé (5.1) et sécher entre 90 °C et 95 °C pendant 2 h. Au lieu d'introduire la prise d'essai, ajouter la quantité de fer pur (4.3) correspondant à cette prise d'essai, puis poursuivre comme spécifié en 7.3.1.2.

7.4 Dosage

7.4.1 Échantillon de teneur en azote jusqu'à 0,10 % (*m/m*)

7.4.1.1 Placer un creuset en graphite (5.1) dans le four (voir l'annexe A) puis dégazer en chauffant à plus de 2 200 °C.

7.4.1.2 Presser une capsule en nickel (5.3), l'introduire dans le creuset en graphite dégazé et ajouter la prise d'essai (voir 7.2).

7.4.1.3 Mettre le four en fonctionnement selon les instructions du fabricant.

À la fin du cycle de fusion et de dosage, retirer le creuset, le jeter et consigner la mesure donnée par l'analyseur.

7.4.2 Échantillon de teneur en azote comprise entre 0,10 % (*m/m*) et 0,50 % (*m/m*)

Placer un creuset en graphite (5.1) dans le four (voir l'annexe A) puis dégazer en chauffant à plus de 2 200 °C.

Introduire la prise d'essai (voir 7.2) dans un creuset en graphite dégazé (5.1), puis poursuivre comme spécifié en 7.4.1.3.

7.5 Établissement de la courbe d'étalonnage

7.5.1 Préparation de la gamme d'étalonnage

7.5.1.1 Échantillon de teneur en azote jusqu'à 0,10 % (*m/m*)

À l'aide de la micropipette (5.2), transvaser 200 µl de chacune des solutions étalons de nitrate de potassium (4.8) indiquées dans le tableau 2 respectivement dans chacune des capsules en nickel (5.3) et sécher entre 90 °C et 95 °C pendant 2 h.

Tableau 2 — Solutions d'étalonnage pour des teneurs en azote jusqu'à 0,10 % (*m/m*)
Prise d'essai: 1,0 g — Solutions étalons ajoutées: 200 µl

Solution étalon utilisée (4.8)	Concentration en azote mg/ml	Masse d'azote introduite dans la capsule en nickel ou le creuset en graphite µg	Teneur en azote dans la prise d'essai % (*m/m*)
eau (4.1)	0 [1]	0	0
4.8.10	0,050	10	0,001 0
4.8.9	0,125	25	0,002 5
4.8.8	0,250	50	0,005 0
4.8.7	0,500	100	0,010
4.8.6	1,25	250	0,025
4.8.5	2,50	500	0,050
4.8.4	5,00	1 000	0,100

1) Terme zéro

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 10720:1997
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/eb1f6e50-b0b5-484b-a959-2d0bad785fdb/iso-10720-1997

7.5.1.2 Échantillon de teneur en azote comprise entre 0,10 % (*m/m*) et 0,50 % (*m/m*)

À l'aide de la micropipette (5.2), transvaser 200 µl de chacune des solutions étalons de nitrate de potassium (4.8) indiquées dans le tableau 3 respectivement dans chacun des creusets en graphite dégazés (5.1) et sécher entre 90 °C et 95 °C pendant 2 h.

7.5.2 Mesurages

7.5.2.1 Échantillon de teneur en azote jusqu'à 0,10 % (*m/m*)

Traiter la capsule en nickel (5.3) contenant le nitrate de potassium comme spécifié en 7.4.1, mais au lieu d'introduire la prise d'essai, ajouter la quantité de fer pur (4.3) correspondant à cette prise d'essai.

Tableau 3 — Solutions d'étalonnage pour des teneurs en azote comprises entre 0,10 % (*m/m*) et 0,50 % (*m/m*)
Prise d'essai: 0,5 g — Solutions étalons ajoutées: 200 µl

Solution étalon utilisée (4.8)	Concentration en azote mg/ml	Masse d'azote introduite dans la capsule en nickel ou le creuset en graphite µg	Teneur en azote dans la prise d'essai % (*m/m*)
eau (4.1)	0 [1]	0	0
4.8.5	2,5	500	0,100
4.8.4	5,0	1 000	0,200
4.8.3	7,5	1 500	0,300
4.8.2	10,0	2 000	0,400
4.8.1	12,5	2 500	0,500

1) Terme zéro

7.5.2.2 Échantillon de teneur en azote comprise entre 0,10 % (*m/m*) et 0,50 % (*m/m*)

Ajouter, dans chaque creuset en graphite préalablement séché, la quantité de fer pur (4.3) correspondant à la prise d'essai utilisée, puis poursuivre comme spécifié en 7.4.1.3.

7.5.3 Tracé de la courbe d'étalonnage

Calculer la valeur nette en soustrayant la lecture obtenue pour le terme zéro (voir les tableaux 2 et 3) de la lecture obtenue pour chacun des termes de la gamme d'étalonnage.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Tracer une courbe d'étalonnage en portant sur le graphique la valeur nette en fonction de la masse d'azote en microgrammes pour chaque terme de la gamme d'étalonnage.

ISO 10720:1997
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/eb1f6e50-b0b5-484b-a959-2d0bad785fdb/iso-10720-1997

8 Expression des résultats

8.1 Méthode de calcul

Convertir la mesure donnée par l'analyseur pour la prise d'essai en microgrammes d'azote (m_0) à l'aide de la courbe d'étalonnage (voir 7.5).

La teneur en azote, w_N, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par l'équation

$$w_N = \frac{(m_0 - m_1)}{m \times 10^6} \times 100$$
$$= \frac{(m_0 - m_1)}{10^4\, m}$$

où

m_0 est la masse d'azote dans la prise d'essai, exprimée en microgrammes;

m_1 est la masse d'azote dans l'essai à blanc (voir 7.3), exprimée en microgrammes;

m est la masse de la prise d'essai (voir 7.2), exprimée en grammes.

8.2 Fidélité

Un essai planifié de cette méthode a été effectué par 14 laboratoires, avec 11 niveaux de teneur en azote, chaque laboratoire effectuant trois déterminations (voir les notes 3 et 4) des teneurs en azote à chaque niveau.

NOTES

3 Deux de ces trois dosages ont été réalisés dans les conditions de répétabilité définies dans l'ISO 5725-1, c'est-à-dire un même opérateur, le même appareillage, des conditions opératoires identiques, le même étalonnage et dans une période de temps minimale.

4 Le troisième dosage a été réalisé à un moment différent (un jour différent) par le même opérateur que dans la note 4 avec le même appareillage mais avec un nouvel étalonnage.

Les échantillons pour essai utilisés sont indiqués dans le tableau B.1.

Les résultats obtenus ont été traités statistiquement conformément à l'ISO 5725, parties 1, 2 et 3.

Les données obtenues montrent une relation logarithmique entre la teneur en azote et la limite de répétabilité (r) et les limites de reproductibilité (R et R_w) des résultats d'essai (voir la note 5) comme le résume le tableau 4. La représentation graphique des données est indiquée en annexe C.

NOTE 5 La limite de répétabilité (r) et la limite de reproductibilité (R) ont été calculées à l'aide de la procédure indiquée dans l'ISO 5725-2 d'après les résultats obtenus le jour 1. La limite de reproductibilité intralaboratoire (R_w) a été calculée en fonction du premier résultat obtenu le jour 1 et du résultat obtenu le jour 2 par la procédure donnée dans l'ISO 5725-3.

Tableau 4 — Résultats de limite de répétabilité et de limites de reproductibilité

Teneur en azote % (m/m)	Limite de répétabilité r	Limites de reproductibilité R	R_w
0,000 8	0,000 24	0,000 39	0,000 27
0,001 0	0,000 27	0,000 45	0,000 30
0,002 0	0,000 36	0,000 71	0,000 44
0,005 0	0,000 54	0,001 30	0,000 71
0,010 0	0,000 73	0,002 07	0,001 03
0,020 0	0,000 98	0,003 28	0,001 49
0,050 0	0,001 46	0,006 03	0,002 42
0,100	0,001 97	0,009 56	0,003 50
0,200	0,003 07	0,014 4	0,006 26
0,500	0,005 54	0,024 9	0,013 5

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 10720:1997
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/eb1f6e50-b0b5-484b-a959-2d0bad785fdb/iso-10720-1997

9 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les informations suivantes:

a) tous les renseignements nécessaires à l'identification de l'échantillon, le laboratoire et la date de l'analyse;

b) la méthode utilisée, par référence à la présente Norme internationale;

c) les résultats obtenus et la forme sous laquelle ils sont exprimés;

d) tout élément inhabituel noté pendant le dosage;

e) toute opération non spécifiée dans la présente Norme internationale ou toute opération facultative ayant pu influencer les résultats.