

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**

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



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.

© 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=iso; 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.

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 [$\text{Mg}(\text{ClO}_4)_2$], 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.

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.

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	9,022 8	12,5
4.8.2	7,218 2	10,0
4.8.3	5,413 8	7,5
4.8.4	3,609 1	5,0
4.8.5	1,804 6	2,50
4.8.6	0,902 3	1,25
4.8.7	0,360 9	0,50
4.8.8	[4.8.5 × 1/10] ¹⁾	0,25
4.8.9	[4.8.6 × 1/10]	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.

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*).

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

Dégraissier 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*)

7.3.1.1 À l'aide de la micropipette (5.2), transvaser 200 μ l 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.

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 μ g 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 μ l 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).