
**Aciers — Dosage du bore — Méthode
spectrophotométrique à la curcumine après
distillation**

*Steel — Determination of boron content — Curcumin spectrophotometric
method after distillation*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 13900:1997

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/91582870-c0f6-46ec-a800-fb7af2c4d981/iso-13900-1997>



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 13900 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 13900:1997

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/91582870-c0f6-46ec-a800-fb7af2c4d981/iso-13900-1997>

© 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 — Dosage du bore — Méthode spectrophotométrique à la curcumine après distillation

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode spectrophotométrique à la curcumine après distillation pour le dosage du bore dans les aciers.

La méthode est applicable aux teneurs en bore comprises entre 0,000 05 % (*m/m*) et 0,001 0 % (*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.*

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

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

3 Principe

Mise en solution de la prise d'essai par les acides chlorhydrique et nitrique.

Décomposition des composés borés (nitrures, etc.) par les acides orthophosphorique et sulfurique à une température de 290 °C.

Distillation de la solution après l'addition de méthanol et récupération du borate de méthyle dans un récipient contenant une solution d'hydroxyde de sodium.

Évaporation de la solution à siccité. Formation d'un complexe coloré entre l'acide orthoborique et la curcumine en milieu méthanol.

Mesurage spectrophotométrique à une longueur d'onde d'environ 550 nm.

4 Réactifs

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

4.1 **Fer pur**, exempt de bore ou avec une quantité connue de bore résiduel.

4.2 **Acide chlorhydrique**, ρ environ 1,19 g/ml.

4.3 **Acide nitrique**, ρ environ 1,40 g/ml.

[ISO 13900:1997](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/91582870-c0f6-46cc-a800-fb7af2c4d981/iso-13900-1997)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/91582870-c0f6-46cc-a800-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/91582870-c0f6-46cc-a800-fb7af2c4d981/iso-13900-1997)

4.4 **Acide sulfurique**, ρ environ 1,84 g/ml. [fb7af2c4d981/iso-13900-1997](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/91582870-c0f6-46cc-a800-fb7af2c4d981/iso-13900-1997)

4.5 **Acide orthophosphorique**, ρ environ 1,71 g/ml, dont la teneur en bore est inférieure à 0,02 $\mu\text{g/ml}$.

4.6 **Acide acétique**, exempt d'aldéhyde, ρ environ 1,05 g/ml.

Pour vérifier l'absence d'aldéhyde, placer 20 ml d'acide acétique (ρ environ 1,05 g/ml) et 1 ml d'une solution de permanganate de potassium (à 1 g/l) dans un bécher de 50 ml. En l'absence d'aldéhyde, la coloration initiale violette du permanganate de potassium persiste; dans le cas contraire, la solution prend une coloration brune facilement identifiable après 15 min.

4.7 **Mélange d'acides A**

Ajouter un volume d'acide chlorhydrique (4.2) à deux volumes d'acide acétique (4.6).

4.8 **Mélange d'acide B**

Ajouter par petites portions, en refroidissant sous courant d'eau et en agitant, un volume d'acide sulfurique (4.4) à un volume égal d'acide acétique (4.6).

4.9 **Hydroxyde de sodium**, solution à 8 g/l.

4.10 **Méthanol**, solution de concentration minimale 99,6 % (V/V).

4.11 **Bore**, solution étalon.

4.11.1 Solution mère, correspondant à 0,10 g de bore par litre.

Peser, à 0,000 1 g près, 0,286 0 g d'acide orthoborique (H_3BO_3). Placer dans un bécher de 250 ml et dissoudre dans environ 200 ml d'eau. Transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 500 ml. Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser. Conserver dans un flacon en polypropylène.

1 ml de cette solution mère contient 0,10 mg de bore.

4.11.2 Solution étalon, correspondant à 0,001 g de bore par litre.

Transvaser 1,0 ml de la solution mère (4.11.1) dans une fiole jaugée de 100 ml. Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser. Conserver dans un flacon en polypropylène (5.2).

Préparer cette solution étalon juste avant emploi.

1 ml de cette solution étalon contient 1 μ g de bore.

4.12 Curcumine, solution à 1,25 g/l dans l'acide acétique.

Peser, dans un récipient en polypropylène ou en quartz, 0,125 g de curcumine, $[CH_3O(OH)C_6H_3CH=CHCO]_2CH_2$. Ajouter 60 ml d'acide acétique (4.6) et homogénéiser. Chauffer au bain-marie à 40 °C et agiter à l'aide d'un agitateur magnétique. Après mise en solution, refroidir et transvaser dans une fiole jaugée en polypropylène de 100 ml. Compléter au volume avec de l'acide acétique et homogénéiser.

4.13 Gaz vecteur, azote, argon ou air sec.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

5 Appareillage

La verrerie, contenant du bore, doit être prohibée et doit être remplacée par du matériel en polypropylène ou en quartz, rincé à l'acide acétique (4.6) puis à l'eau et enfin séché. 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.

Matériel courant de laboratoire et, en particulier, ce qui suit.

5.1 Fioles jaugées, de 100 ml de capacité.

5.2 Flacons en polypropylène, de 100 ml et 500 ml de capacité.

5.3 Appareillage de distillation (voir l'annexe A), composé du matériel suivant:

- a) ballon de distillation, de 200 ml, en quartz;
- b) réservoir, en quartz;
- c) réfrigérant à reflux, en quartz;
- d) récipient: bécher en quartz de 100 ml, marqué d'un trait repère à un volume de 35 ml;
- e) agitateur magnétique à barreau aimanté revêtu de polytétrafluoroéthylène (PTFE).

Une forme appropriée d'appareillage est représentée en annexe A.

5.4 Coupelle en platine ou **bécher en PTFE**, de 100 ml de capacité

5.5 Appareil de chauffage, pour faire évaporer le méthanol.

6 Échantillonnage

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

7 Mode opératoire

7.1 Prise d'essai

Peser, à 0,000 1 g près, environ 0,50 g d'échantillon pour essai.

7.2 Essai à blanc et dosage du bore dans le fer pur (4.1)

7.2.1 Dosage du bore dans le fer pur (4.1)

Préparer deux ballons de distillation [5.3 a)]. Ajouter 0,250 g de fer pur (4.1) dans l'un et 0,500 g dans l'autre.

Traiter les deux ballons comme prescrit en 7.3.1, 7.3.2, 7.3.3 et 7.3.4.

Convertir les valeurs d'absorbance obtenues en masse correspondante, en microgrammes de bore, à l'aide de la courbe d'étalonnage (7.4).

La masse de bore (m_3), exprimée en microgrammes, dans 0,500 g de fer pur (4.1) est donnée par:

$$m_3 = 2 \times (m_6 - m_5)$$

où

m_6 est la masse, exprimée en microgrammes, de bore dans la prise d'essai de 0,500 g;

m_5 est la masse, exprimée en microgrammes, de bore dans la prise d'essai de 0,250 g.

7.2.2 Essai à blanc et valeur à blanc

Parallèlement au dosage et en suivant le même mode opératoire, effectuer un essai à blanc avec 0,500 g de fer pur (4.1) et les mêmes quantités de tous les réactifs.

Déterminer l'absorbance de l'essai à blanc et la convertir en masse correspondante, en microgrammes de bore, à l'aide de la courbe d'étalonnage (7.4).

Soustraire la masse de bore (m_3) dans le fer pur utilisé (4.1) de la masse de bore calculée de l'essai à blanc (m_4) pour obtenir la valeur à blanc (m_1):

$$\text{Valeur à blanc: } m_1 = m_4 - m_3$$

7.3 Dosage

7.3.1 Préparation de la solution d'essai

Placer la prise d'essai (7.1) dans un ballon de distillation [5.3 a)]. Ajouter 10 ml d'acide chlorhydrique (4.2) et 5 ml d'acide nitrique (4.3). Maintenir la solution à température ambiante (voir la note 1).

NOTE 1 Ce maintien à température ambiante est le plus important afin d'éviter des pertes de bore possibles à température plus élevée.

Attendre jusqu'à mise en solution complète ou jusqu'à fin d'effervescence pour les échantillons difficiles à mettre en solution. Ajouter ensuite, avec précaution, 10 ml d'acide orthophosphorique (4.5) et 5 ml d'acide sulfurique (4.4).

Chauffer jusqu'à fumées blanches sulfuriques, en agitant de temps en temps pour récupérer les particules accrochées aux parois du ballon de distillation. Placer le ballon de distillation sur une source de chaleur permettant d'obtenir une température de 290 °C dans la solution (voir la note 2). Maintenir le chauffage pendant 30 min.

NOTE 2 La température de (290 ± 5) °C est obtenue par étalonnage de la source de chaleur au moyen d'un thermomètre gradué de 0 °C à 350 °C, plongé dans un ballon d'essai contenant la même quantité de réactifs de mise en solution.

Retirer le ballon de distillation de la source de chaleur et laisser refroidir.

7.3.2 Distillation

Placer un barreau aimanté [5.3 e)] dans le ballon de distillation contenant la solution d'essai (voir 7.3.1). Assembler l'appareillage de distillation (5.3) comme indiqué sur la figure A.1. Utiliser des joints rodés en verre bien étanches (voir la note 3).

NOTE 3 Lorsque l'appareil est utilisé pour la première fois ou après une longue période d'inutilisation, il est nécessaire d'effectuer des essais à blanc à répétition jusqu'à obtenir des valeurs à blanc stables.

Ajouter, dans un récipient [5.3 d)], 5 ml de solution d'hydroxyde de sodium (4.9). Placer le tout sous un réfrigérant à reflux [5.3 c)] et monter le récipient jusqu'à ce que la pointe du condenseur plonge dans la solution d'hydroxyde de sodium. Pendant la distillation, maintenir la température du réfrigérant à reflux à moins de 10 °C. Verser avec soin, en mélangeant, 50 ml de méthanol (4.10) par le réservoir [5.3 b)]. Ajuster avec précaution le flux de gaz vecteur (4.13) à partir du tube à environ 50 ml par min et distiller au rythme de 30 ml par 20 min en chauffant et recueillir environ 30 ml de distillat. Couper la source de chaleur sous le ballon de distillation. Rincer la pointe du réfrigérant avec une petite quantité de méthanol (4.10).

7.3.3 Formation du complexe coloré

Recueillir le distillat et les eaux de lavage (voir 7.3.2). Transférer la solution dans une coupelle en platine ou un bécher en PTFE (5.4) et laver le récipient avec une petite quantité de méthanol (4.10). Chauffer doucement jusqu'à évaporation complète du méthanol en solution et continuer à chauffer jusqu'à siccité.

Ajouter 1,0 ml de mélange d'acides A (4.7) dans la coupelle en platine ou le bécher en PTFE contenant le résidu et bien homogénéiser le résidu à l'aide d'un barreau en PTFE. Ajouter 6,0 ml de solution acétique de curcumine (4.12) en lavant le barreau en PTFE et homogénéiser. Ajouter 4,0 ml de mélange d'acides B (4.8), bien homogénéiser et laisser reposer 20 min. Ajouter environ 50 ml de méthanol (4.10) pour mettre en solution le complexe coloré, transvaser dans une fiole jaugée de 100 ml à l'aide de méthanol. Compléter au volume avec le méthanol et homogénéiser. Laisser reposer pendant 10 min puis filtrer par décantation sur un filtre sec pour éliminer les résidus éventuels. Recueillir le filtrat dans un bécher sec en quartz en jetant les premières fractions du filtrat.

7.3.4 Mesurages spectrophotométriques

Régler le spectrophotomètre au zéro d'absorbance par rapport au méthanol (4.10). Effectuer les mesurages spectrophotométriques de la solution d'essai développée en coloration (voir 7.3.3) à une longueur d'onde de 550 nm à l'aide de cuves de 1 cm de parcours optique.

7.4 Établissement de la courbe d'étalonnage

7.4.1 Préparation des solutions d'étalonnage

Dans une série de sept ballons de distillation, introduire des quantités de fer pur (4.1) égales à la prise d'essai (voir 7.1) et ajouter les volumes de solution étalon de bore (4.11.2) indiqués dans le tableau 1.

Continuer comme prescrit en 7.3.1, 7.3.2 et 7.3.3.

7.4.2 Mesurages spectrophotométriques

Régler le spectrophotomètre au zéro d'absorbance par rapport au méthanol (4.10). Effectuer les mesurages spectrophotométriques des solutions de la gamme d'étalonnage à une longueur d'onde de 550 nm à l'aide de cuves de 1 cm de parcours optique.

7.4.3 Tracé de la courbe d'étalonnage

Calculer les différences d'absorbance entre les solutions et la valeur obtenue pour le terme zéro.

Tracer la droite d'étalonnage qui passe par l'origine, en portant sur le graphique les valeurs d'absorbance nette en fonction de la masse de bore en microgrammes.

Tableau 1 — Solutions d'étalonnage

Volume de la solution étalon de bore (4.11.2) ml	Masse correspondante de bore µg	Teneur en bore de l'échantillon pour essai % (m/m)
0 ¹⁾	0	0
0,5	0,5	0,000 1
1,0	1,0	0,000 2
2,0	2,0	0,000 4
3,0	3,0	0,000 6
4,0	4,0	0,000 8
5,0	5,0	0,001 0

1) Terme zéro

ISO 13900:1997

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/91582870-c0f6-46cc-a800-fb7af2c4d981/iso-13900-1997>

8 Expression des résultats

8.1 Méthode de calcul

Convertir les absorbances de la solution d'essai et de la solution d'essai à blanc en masse correspondante, en microgrammes de bore, à l'aide de la courbe d'étalonnage (voir 7.4).

La valeur à blanc (m_1) est obtenue par soustraction de la masse, m_3 , en microgrammes, de bore dans 0,500 g de fer pur (4.1) de la masse, m_4 , en microgrammes, de bore de l'essai à blanc (voir 7.2.2).

La teneur en bore, exprimée en pourcentage en masse, w_B , est donnée par l'équation

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

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

où

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

m_1 est la masse de bore, exprimée en microgrammes, dans solution d'essai à blanc;

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

8.2 Fidélité

Un essai planifié de cette méthode a été effectué par neuf laboratoires dans quatre pays, à cinq niveaux de bore pour les aciers non alliés, chaque laboratoire effectuant trois déterminations (voir les notes 4 et 5) de la teneur en bore à chaque niveau.

NOTES

4 Deux des trois dosages ont été réalisés selon 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 une période de temps minimale.

5 Le troisième dosage a été réalisé à un moment différent (un jour différent) par le même opérateur que dans la note 4, en utilisant 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 bore et la limite de répétabilité (r) et la limite de reproductibilité (R et R_w) des résultats d'essai (voir la note 6) comme le résume le tableau 2. La représentation graphique est donnée en annexe C.

NOTE 6 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 2 — Résultats pour la limite de répétabilité et les limites de reproductibilité

Teneur en bore % (m/m)	Limite de reproductibilité		
	Limite de répétabilité r	R	R_w
0,000 05	0,000 001	0,000 068	0,000 039
0,000 1	0,000 003	0,000 075	0,000 050
0,000 2	0,000 008	0,000 082	0,000 063
0,000 5	0,000 031	0,000 093	0,000 086
0,001 0	0,000 085	0,000 101	0,000 109

9 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les informations suivantes:

- tous les renseignements nécessaires à l'identification de l'échantillon, du laboratoire et des données de l'analyse;
- la méthode utilisée, par référence à la présente Norme internationale;
- les résultats obtenus et la forme sous laquelle ils sont exprimés;
- tout élément inhabituel noté pendant le dosage;
- toute opération non spécifiée dans la présente Norme internationale ou toute opération facultative ayant pu influencer les résultats.