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

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

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 10153:1997

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7c1ff3ba-9a4e-435a-81f8-
ad6ca3a257f3/iso-10153-1997](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7c1ff3ba-9a4e-435a-81f8-ad6ca3a257f3/iso-10153-1997)



Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comité 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 10153 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 17, *Acier*, sous-comité SC 1, *Méthodes de détermination de la composition chimique*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 10153:1991), dont elle constitue une révision technique.

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

[ISO 10153:1997](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7c1ff3ba-9a4e-435a-81f8-ad6ca3a257f3/iso-10153-1997)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7c1ff3ba-9a4e-435a-81f8-ad6ca3a257f3/iso-10153-1997>

© 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

1 Domaine d'application

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

La méthode est applicable aux teneurs en bore comprises entre 0,000 1 % (m/m) et 0,000 5 % (m/m) seulement pour les aciers non alliés, et entre 0,000 5 % (m/m) et 0,012 % (m/m) pour les aciers.

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.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7c1fb3ba-9a4e-435a-81f8-ad6ca3a257f3/iso-10153-1997>

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

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

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

Formation d'un complexe coloré entre l'acide orthoborique et la curcumine en milieu acétique tamponné.

Mesurage spectrophotométrique à une longueur d'onde d'environ 543 nm.

4 Réactifs

Au cours de l'analyse et sauf indication contraire, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et avec une très basse teneur en bore, et de l'eau de qualité 2 conformément à l'ISO 3696.

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

4.2 Hypophosphite de sodium monohydraté, $\text{NaH}_2\text{PO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$.

4.3 Acide chlorhydrique, ρ environ 1,19 g/ml.

4.4 Acide nitrique, ρ environ 1,40 g/ml.

4.5 Acide sulfurique, ρ environ 1,84 g/ml.

4.6 Acide orthophosphorique, ρ environ 1,71 g/ml.

4.7 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.

4.8 Mélange d'acides acétique et sulfurique.

Ajouter par petites portions, en refroidissant sous courant d'eau et en agitant, un volume d'acide sulfurique (4.5) à un volume égal d'acide acétique (4.7).

4.9 Solution acétique tamponnée.

Dissoudre 225 g d'acétate d'ammonium dans 400 ml d'eau. Ajouter 300 ml d'acide acétique (4.7). Filtrer la solution obtenue dans une fiole jaugée de 1 000 ml en polypropylène. Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

4.10 Fluorure de sodium, solution à 40 g/l.

Conserver dans un flacon en polypropylène.

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 0,002 g de bore par litre.

Transvaser 20,0 ml de la solution mère (4.11.1) dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser. Conserver dans un flacon en polypropylène.

Préparer cette solution étalon juste avant emploi.

1 ml de cette solution étalon contient 2 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 (4.7) 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.

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 (4.7) 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 Bêchers en quartz, de 100 ml de capacité, **avec couvercles en quartz**, de dimensions extérieures: 51 mm de diamètre et 70 mm de hauteur.

5.2 Fioles jaugées en polypropylène, de 50 ml et 100 ml de capacité.

5.3 Bloc en alliage d'aluminium, comportant des cavités conçues pour permettre d'y placer les bêchers en quartz de 100 ml et chauffés par contact superficiel avec une plaque chauffante. Des exemples de ce type de blocs sont représentés dans l'annexe A.

NOTE 1 Il convient que les dimensions des cavités soient adaptées aux dimensions des bêchers en quartz disponibles.

5.4 Spectrophotomètre, approprié pour le mesurage de l'absorbance de la solution à une longueur d'onde de 543 nm avec des cellules optiques de 2 cm.

6 Échantillonnage

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

Les copeaux doivent être de dimension inférieure à 1 mm.

7 Mode opératoire

7.1 Prise d'essai

Peser, à 0,000 2 g près, une prise d'essai de masse m , fonction de la teneur présumée en bore comme suit:

- a) teneur de 0,000 1 % (m/m) à 0,006 % (m/m), masse m d'environ 1,00 g;
- b) teneur de 0,006 % (m/m) à 0,012 % (m/m), masse m d'environ 0,50 g.

Pour les nuances d'aciers dont la teneur totale en nickel et en cobalt dépasse 30 % (m/m), utiliser une prise d'essai de 0,50 g environ.

7.2 Essai à blanc

Pour chaque dosage, effectuer une analyse sur une prise d'essai de fer pur (4.1) correspondant à celle de la prise d'essai (voir 7.1), en parallèle à l'analyse de la prise d'essai, en utilisant les mêmes réactifs et en respectant partout le même mode opératoire, les mêmes conditions et les mêmes dilutions. L'absorbance de la solution d'essai à blanc (A_b) et celle de la solution de compensation de l'essai à blanc (A_{bc}) sont ainsi obtenues.

7.3 Dosage

7.3.1 Préparation de la solution d'essai

Placer la prise d'essai (7.1) dans un bécher en quartz de 100 ml (5.1). Ajouter 10 ml d'acide chlorhydrique (4.3) et 5 ml d'acide nitrique (4.4), couvrir le bécher d'un couvercle en quartz (5.1) et maintenir la solution à température ambiante (voir la note 2).

NOTE 2 Ce maintien à température ambiante est le plus important afin d'éviter des pertes de bore possibles à température plus élevée.

Quand la mise en solution est complète, ajouter avec précaution 10 ml d'acide orthophosphorique (4.6) et 5 ml d'acide sulfurique (4.5).

Chauffer jusqu'à fumées blanches sulfuriques. Introduire le bécher de réaction dans une cavité du bloc en alliage d'aluminium (5.3), lui-même placé sur une source de chaleur permettant d'obtenir une température de 290 °C dans la solution (voir la note 3). Maintenir le chauffage pendant 30 min en prenant soin de remettre le couvercle de quartz dès l'apparition des fumées blanches, en agitant de temps en temps pour récupérer les particules accrochées aux parois du bécher.

NOTE 3 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 bécher d'essai contenant la même quantité de réactifs de mise en solution.

Retirer le bécher de la source de chaleur et laisser refroidir. Reprendre la solution sirupeuse avec 30 ml d'eau, chauffer et agiter.

AVERTISSEMENT — Il est primordial de faire attention en chauffant la solution après l'addition des 30 ml d'eau car une éruption soudaine peut se produire, entraînant une perte de la solution d'essai.

Ajouter ensuite avec précaution 5 ml d'acide chlorhydrique (4.3) et porter à ébullition. Ajouter 3 g d'hypophosphite de sodium (4.2). Laisser bouillir très doucement pendant 15 min.

Retirer le bécher de la source de chaleur et laisser refroidir. Transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 50 ml en polypropylène (5.2), compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

7.3.2 Formation du complexe coloré

7.3.2.1 Prélever une partie aliquote de 1,0 ml de la solution d'essai (voir 7.3.1) et l'introduire dans une fiole jaugée de 100 ml en polypropylène (5.2) préalablement nettoyée et séchée.

7.3.2.2 Ajouter à la fiole jaugée en agitant circulairement pour éviter le contact avec le bouchon de fermeture, les quantités suivantes de réactifs:

- 6,0 ml du mélange d'acides acétique et sulfurique (4.8) en évitant le contact de la pipette avec le col et les parois de la fiole jaugée. Puis homogénéiser.
- 6,0 ml de la solution acétique de curcumine (4.12). Boucher la fiole jaugée et homogénéiser. Laisser reposer pendant 2 h 30 min pour développer complètement la coloration.
- 1,0 ml d'acide orthophosphorique (4.6) pour stabiliser la coloration. Agiter et laisser reposer pendant 30 min.
- 30,0 ml de la solution acétique tamponnée (4.9). La solution prend une coloration orangée. Boucher et agiter. Laisser reposer pendant 15 min exactement.

7.3.3 Préparation de la solution de compensation

Prélever une partie aliquote de 1,0 ml de la solution d'essai (voir 7.3.1), l'introduire dans une fiole jaugée de 100 ml en polypropylène (5.2) préalablement nettoyée et séchée. Ajouter au fond de la fiole jaugée 0,2 ml de la solution de fluorure de sodium (4.10).

Agiter avec précaution le faible volume de solution. Laisser reposer pendant 1 h.

Continuer comme prescrit en 7.3.2.2.

7.3.4 Mesurages spectrophotométriques

Régler le spectrophotomètre au zéro d'absorbance par rapport à l'eau. Effectuer les mesurages spectrophotométriques (voir la note 4) de la solution d'essai développée en coloration (voir 7.3.2) et de la solution de compensation correspondante (voir 7.3.3) à une longueur d'onde de 543 nm à l'aide de cuves de 2 cm de parcours optique.

L'absorbance de la solution d'essai (A) et celle de la solution de compensation (A_c) sont ainsi obtenues.

NOTE 4 Afin d'effectuer les mesurages spectrophotométriques sur les solutions en respectant exactement le temps d'attente de 15 min à partir de l'addition de la solution acétique tamponnée (voir 7.3.2), il est conseillé de fractionner ces mesurages en série de six mesurages, soit 12 fioles jaugées. En effet, dans le cas de grandes séries de mesurages où le temps d'attente ne peut pas être respecté scrupuleusement, on peut observer la formation d'un trouble dans les solutions à mesurer et par suite obtenir des résultats erronés.

7.4 Établissement de la courbe d'étalonnage

7.4.1 Préparation des solutions d'étalonnage

Dans une série de béchers en quartz de 100 ml, introduire des portions de $(1,00 \pm 0,01)$ g de fer pur (4.1) et ajouter les volumes de solution étalon de bore (4.11.2) indiqués dans le tableau 1 pour les teneurs en bore inférieures ou égales à 0,000 5 % (m/m) et dans le tableau 2 pour les teneurs en bore supérieures à 0,000 5 % (m/m).

Continuer comme prescrit en 7.3.1, 7.3.2 et 7.3.3.

Tableau 1 — Solutions d'étalonnage pour des teneurs en bore comprises entre 0,000 1 % (m/m) et 0,000 5 % (m/m)

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	1,0	0,000 1
1,0	2,0	0,000 2
2,0	4,0	0,000 4
2,5	5,0	0,000 5

1) Terme zéro

Tableau 2 — Solutions d'étalonnage pour des teneurs en bore comprises entre 0,000 5 % (m/m) et 0,012 0 % (m/m)

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)	
		Prise d'essai de 1,00 g	Prise d'essai de 0,50 g
0 1)	0	0	0
2,5	5	0,000 5	0,001 0
5,0	10	0,001 0	0,002 0
10,0	20	0,002 0	0,004 0
20,0	40	0,004 0	0,008 0
30,0	60	0,006 0	0,012 0

1) Terme zéro

7.4.2 Mesurages spectrophotométriques

Régler le spectrophotomètre au zéro d'absorbance par rapport à l'eau. Effectuer les mesurages spectrophotométriques des solutions de la gamme d'étalonnage avec et sans solution de fluorure de sodium (4.10), à une longueur d'onde de 543 nm à l'aide de cuves de 2 cm de parcours optique.

7.4.3 Tracé de la courbe d'étalonnage

Calculer les différences d'absorbance entre les solutions avec et sans fluorure de sodium, et soustraire de ces valeurs calculées la valeur obtenue pour le terme zéro de la gamme d'étalonnage.

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.

8 Expression des résultats

8.1 Calcul de l'absorbance nette

Calculer les différences d'absorbance de chaque solution à doser et soustraire la valeur de l'essai à blanc obtenue dans les mêmes conditions. L'absorbance nette pour la teneur en bore à déterminer est donnée par l'équation

$$A_B = (A - A_c) - (A_b - A_{bc})$$

où

- A_B est l'absorbance nette pour la teneur en bore à déterminer;
- A est l'absorbance de la solution d'essai;
- A_b est l'absorbance de la solution d'essai à blanc;
- A_c est l'absorbance de la solution de compensation pour la solution d'essai;
- A_{bc} est l'absorbance de la solution de compensation pour la solution d'essai à blanc.

8.2 Calcul de la teneur en bore

Convertir l'absorbance nette en masse correspondante, exprimée en microgrammes de bore dans la solution d'essai, à l'aide de la courbe d'étalonnage (voir 7.4.3).

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

$$w_B = \frac{m_B}{10^6} \times \frac{100}{m} + w_{B,0} = \frac{m_B}{10^4 m} + w_{B,0}$$

où

- m_B est la masse de bore, exprimée en microgrammes, dans la solution d'essai;
- m est la masse, en grammes, de la prise d'essai (7.1);
- $w_{B,0}$ est la teneur en bore, exprimée en pourcentage en masse, dans le fer pur (4.1). (Le facteur peut être négligé s'il n'affecte pas la précision.)

8.3 Fidélité

Un essai planifié de cette méthode a été effectué par 14 laboratoires dans six pays, à cinq niveaux de bore pour les aciers non alliés à faible teneur, et dans 21 laboratoires dans huit pays, à huit niveaux de bore pour les aciers à teneur élevée, chaque laboratoire effectuant trois déterminations (voir les notes 5 et 6) de la teneur en bore à chaque niveau.

NOTES

5 Deux des 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 une période de temps minimale.

6 Le troisième dosage a été réalisé à un moment différent (un jour différent) par le même opérateur que dans la note 5, en utilisant le même appareillage mais avec un nouvel étalonnage.

Les échantillons pour essai utilisés sont indiqués dans les tableaux B.1 et B.2.

Les résultats obtenus ont été traités statistiquement conformément à l'ISO 5725, parties 1, 2 et 3, en utilisant les données obtenues à partir des échantillons à quatre niveaux de bore pour les aciers non alliés à faible teneur et à six niveaux de bore pour les aciers à teneur élevée.

Les données obtenues montrent une relation logarithmique entre la teneur en bore et la limite de répétabilité (r) et les limites de reproductibilité (R et R_w) des résultats d'essai (voir la note 7) comme le résument les tableaux 3 et 4. La représentation graphique des données est donnée en annexe C.

NOTE 7 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.

La même méthode a été testée par 14 laboratoires dans sept pays appartenant à l'ECISS/TC 20 utilisant des échantillons à huit niveaux de bore. Les résultats de ces essais de fidélité sont indiqués dans le tableau D.1 pour information.

9 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les informations suivantes:

- a) tous les renseignements nécessaires à l'identification de l'échantillon, du laboratoire et des données 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.

Tableau 3 — Données de fidélité pour des teneurs en bore comprises entre 0,000 1 % (m/m) et 0,000 5 % (m/m)

Teneur en bore % (m/m)	Limite de répétabilité r	Limite de reproductibilité	
		R	R_w
0,000 1	0,000 04	0,000 09	0,000 05
0,000 2	0,000 06	0,000 14	0,000 08
0,000 5	0,000 10	0,000 25	0,000 14

Tableau 4 — Données de fidélité pour des teneurs en bore comprises entre 0,000 5 % (m/m) et 0,012 0 % (m/m)

Teneur en bore % (m/m)	Limite de répétabilité <i>r</i>	Limite de reproductibilité	
		<i>R</i>	<i>R_w</i>
0,000 5	0,000 14	0,000 28	0,000 17
0,001 0	0,000 20	0,000 39	0,000 25
0,002 0	0,000 28	0,000 55	0,000 37
0,005 0	0,000 43	0,000 89	0,000 62
0,010 0	0,000 50	0,001 25	0,000 92
0,012 0	0,000 65	0,001 37	0,001 00

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 10153:1997

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7c1ff3ba-9a4e-435a-81f8-ad6ca3a257f3/iso-10153-1997>