
**Aciers et fontes — Dosage de l'arsenic —
Méthode spectrophotométrique**

*Steel and iron — Determination of arsenic content —
Spectrophotometric method*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 17058:2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f286e8ba-7ad6-4e7b-ac12-b0fc3132b6c3/iso-17058-2004)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f286e8ba-7ad6-4e7b-ac12-b0fc3132b6c3/iso-17058-2004>



PDF – Exonération de responsabilité

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 17058:2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f286e8ba-7ad6-4e7b-ac12-b0fc3132b6c3/iso-17058-2004)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f286e8ba-7ad6-4e7b-ac12-b0fc3132b6c3/iso-17058-2004>

© ISO 2004

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'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax. + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire	Page
Avant-propos	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Principe	1
4 Réactifs	2
5 Appareillage	3
6 Échantillonnage	3
7 Mode opératoire	4
7.1 Échantillonnage de la prise d'essai	4
7.2 Essai à blanc	5
7.3 Dosage	5
7.4 Établissement de la courbe d'étalonnage	6
8 Expression des résultats	7
8.1 Méthode de calcul	7
8.2 Fidélité	7
9 Rapport d'essai	8
Annexe A (informative) Informations complémentaires sur les essais coopératifs internationaux	9
Annexe B (informative) Représentation graphique des données de fidélité	10
Bibliographie	11

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 Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. 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.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

L'ISO 17058 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 17, *Acier*, sous-comité SC 1, *Méthodes de détermination de la composition chimique*. (standards.iteh.ai)

ISO 17058:2004
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f286e8ba-7ad6-4e7b-ac12-b0fc3132b6c3/iso-17058-2004>

Aciers et fontes — Dosage de l'arsenic — Méthode spectrophotométrique

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode pour le dosage de l'arsenic dans les aciers et fontes utilisant une méthode spectrophotométrique après distillation.

Cette méthode est applicable aux teneurs en arsenic comprises entre 0,000 5 % (fraction massique) et 0,10 % (fraction massique).

2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

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

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

ISO 1042:1998, *Verrerie de laboratoire — Fioles jaugées à un trait*

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

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

3 Principe

Mise en solution d'une prise d'essai dans un mélange d'acide chlorhydrique et d'acide nitrique.

Chauffage prolongé avec de l'acide sulfurique jusqu'à formation de fumées blanches.

Réduction de l'arsenic par le sulfate d'hydrazine et en présence de bromure de potassium, puis séparation par distillation à l'état de chlorure trivalent, absorbé dans la solution d'acide nitrique, dans laquelle l'As(III) est oxydé de manière à retourner à l'état pentavalent As(V).

Formation du complexe de bleu de molybdène entre le molybdate d'ammonium et l'arsenic, qui est réduit par le sulfate d'hydrazine.

Mesurage spectrophotométrique à une longueur d'onde d'environ 840 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 3 spécifiée dans l'ISO 3696:1987.

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 3 + 1

4.4 Mélange d'acides

Ajouter un volume d'acide nitrique (4.2) à quatre volumes d'acide chlorhydrique (4.1).

4.5 Acide sulfurique, $\rho = 1,84$ g/ml environ

4.6 Acide sulfurique, $\rho = 1,84$ g/ml environ, dilué 1 + 1

Sous refroidissement à l'eau courante, ajouter par petites fractions un volume d'acide sulfurique (4.5) à un volume égal d'eau.

4.7 Acide sulfurique, $\rho = 1,84$ g/ml environ, dilué 1 + 6

Sous refroidissement à l'eau courante, ajouter par petites quantités un volume d'acide sulfurique (4.5) à six volumes d'eau.

4.8 Mélange réducteur

Peser en proportion 2,5 g de sulfate d'hydrazine et 10,0 g de bromure de potassium, transférer dans un mortier et, à l'aide d'un pilon, broyer finement et bien homogénéiser avant emploi.

4.9 Molybdate d'ammonium $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}, 4\text{H}_2\text{O}]$, 10 g/l

4.10 Sulfate d'hydrazine ($\text{N}_2\text{H}_6\text{SO}_4$), 0,6 g/l

4.11 Arsenic, solution étalon

4.11.1 Solution mère, correspondant à 0,20 g/l d'arsenic

Peser à 0,000 1 g près 0,132 0 g de trioxyde d'arsenic (As_2O_3).

L'introduire dans un bécher de 100 ml, ajouter avec précaution 10 ml d'acide nitrique (4.2), couvrir avec un verre de montre et chauffer doucement jusqu'à mise en solution complète. Ajouter 2 ml d'acide sulfurique (4.6), chauffer précautionneusement pour éliminer les vapeurs nitreuses, puis faire évaporer jusqu'à dégagement de denses fumées blanches.

Retirer le bécher de la plaque chauffante, le laisser un peu refroidir et rincer le couvercle et les côtés du bécher avec un peu d'eau.

Laisser évaporer à nouveau jusqu'à dégagement de denses fumées blanches.

Retirer le bécher, le laisser refroidir et ajouter environ 10 ml d'eau, puis chauffer doucement jusqu'à ce que les sels soient dissous et la solution claire. Laisser refroidir à la température ambiante et transférer la solution quantitativement dans une fiole jaugée de 500 ml. Diluer au volume avec de l'eau et homogénéiser.

1 ml de cette solution mère contient 0,2 mg d'arsenic.

4.11.2 Solution titrée A, correspondant à 0,01 g/l d'arsenic

Transférer 25,0 ml de la solution mère (4.11.1) dans une fiole jaugée de 500 ml. Diluer au volume avec de l'eau et homogénéiser.

Préparer cette solution immédiatement avant utilisation.

1 ml de cette solution titrée contient 10 µg d'arsenic.

4.11.3 Solution titrée B, correspondant à 0,002 g/l d'arsenic

Transférer 50,0 ml de la solution titrée (4.11.2) dans une fiole jaugée de 250 ml. Diluer au volume avec de l'eau et homogénéiser.

Préparer cette solution immédiatement avant utilisation.

1 ml de cette solution titrée contient 2 µg d'arsenic.

4.12 Bromure de potassium.

5 Appareillage

Toute la verrerie jaugée doit être de classe A, conformément à l'ISO 385-1:1984, l'ISO 648:1977 et l'ISO 1042:1998.

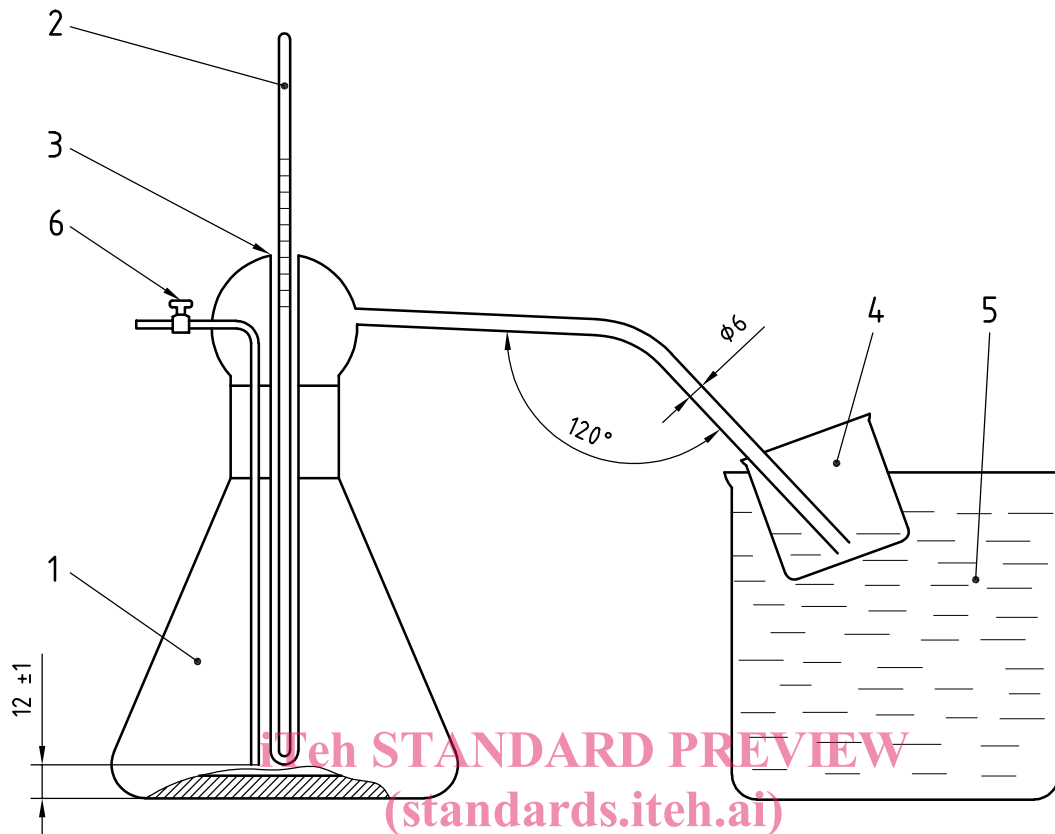
Utiliser de la verrerie courante de laboratoire et l'appareillage suivant.

5.1 Spectrophotomètre, permettant de mesurer l'absorbance de la solution à une longueur d'onde de 840 nm avec des cuves de 40 mm (ou 10 mm) de parcours optique

5.2 Appareil de distillation; voir diagramme joint (Figure 1)

6 Échantillonnage

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



Légende

- 1 fiole conique (fiole de distillation), 250 ml
- 2 thermomètre
- 3 puits à thermomètre
- 4 bécher récepteur, 100 ml
- 5 bécher de refroidissement, 1 000 ml
- 6 robinet

ISO 17058:2004
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f286e8ba-7ad6-4e7b-ac12-b0fc3132b6c3/iso-17058-2004>

Figure 1 — Appareil de distillation pour le dosage de l'arsenic

7 Mode opératoire

7.1 Échantillonnage de la prise d'essai

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

Tableau 1 — Échantillonnage de la prise d'essai

Teneur en arsenic escomptée % (fraction massique)	Prise d'essai g
0,000 5 à 0,001	1,0
0,001 à 0,006	0,50
0,006 à 0,100	0,10

7.2 Essai à blanc

Parallèlement au dosage et selon le même mode opératoire, effectuer un essai à blanc en utilisant les mêmes quantités de tous les réactifs.

7.3 Dosage

7.3.1 Préparation de la solution d'essai

Introduire la prise d'essai (7.1) dans un bécher de 150 ml. Ajouter 10 ml à 20 ml de mélange d'acides (4.4). Couvrir le bécher avec un verre de montre et chauffer doucement jusqu'à mise en solution complète.

Laisser refroidir la solution, retirer le verre de montre et ajouter 20 ml d'acide sulfurique (4.6). Replacer le verre de montre, en laissant une petite ouverture pour l'évacuation des fumées, et laisser évaporer jusqu'à dégagement de denses fumées blanches.

7.3.2 Distillation

Transférer la solution d'essai (7.3.1) quantitativement dans la fiole de distillation, et rincer le couvercle et les côtés du bécher avec environ 10 ml d'eau. S'il reste des sels de sulfate non dissous, ajouter une petite quantité d'eau et chauffer jusqu'à mise en solution des sels.

Faire refroidir sous courant d'eau, ajouter 10 ml d'acide chlorhydrique (4.1), 2,0 g de mélange réducteur (4.8) et homogénéiser.

Ajouter 10 ml d'acide nitrique (4.3) dans le bécher récepteur, et le placer dans le bécher de refroidissement contenant de l'eau froide.

Assembler l'appareil de distillation (5.2). Chauffer la fiole de distillation à basse température, distiller jusqu'à ce que la température atteigne 125 °C et effectuer l'ensemble de la distillation en 6 min à 10 min. Ouvrir le robinet pour éviter tout reflux de la solution à partir du bécher récepteur, et retirer la fiole de distillation de la source de chaleur.

Rincer l'extrémité de sortie avec un peu d'eau. Recueillir les fractions de rinçage dans le bécher récepteur. Ajouter 3,5 ml d'acide sulfurique (4.7) et homogénéiser.

Replacer le verre de montre, en laissant une petite ouverture pour l'évacuation des fumées, et laisser évaporer jusqu'à dégagement de denses fumées blanches d'acide sulfurique. Au cours de cette opération, il est recommandé qu'il ne se forme pas de bulles.

Retirer et laisser refroidir un peu, rincer le couvercle et les côtés du bécher, et laisser évaporer à nouveau jusqu'à dégagement de fumées blanches, pour éliminer les vapeurs nitreuses.

Retirer de la source de chaleur et laisser refroidir. Rincer le couvercle et transférer la solution quantitativement dans une fiole jaugée de 50 ml.

7.3.3 Formation du complexe coloré

Ajouter 2,5 ml de solution de molybdate d'ammonium (4.9) et 2,5 ml de solution de sulfate d'hydrazine (4.10) dans la fiole, diluer au volume avec de l'eau et homogénéiser. Faire chauffer la fiole dans un bain d'eau bouillante pendant 10 min. Retirer la fiole et la laisser refroidir à température ambiante.

7.3.4 Mesurages spectrophotométriques

Effectuer les mesurages spectrophotométriques de chaque solution à une longueur d'onde d'environ 840 nm, après avoir ajusté le spectrophotomètre à l'absorbance zéro avec de l'eau, avec des cuves de 40 mm (ou de 10 mm) de parcours optique.