



## Aciers et fontes — Dosage du carbone total — Méthode gravimétrique après combustion

*Steel and cast iron — Determination of total carbon content — Combustion gravimetric method*

Première édition — 1982-11-15

ITeH STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 437:1982

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/52eecb15-2bba-4236-ac4b-1ea05fc0b1b3/iso-437-1982>

## 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 confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique correspondant. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO, participent également aux travaux.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes internationales par le Conseil de l'ISO.

La Norme internationale ISO 437 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 17, *Acier*.

Elle fut soumise directement au Conseil de l'ISO, conformément au paragraphe 5.10.1 de la partie 1 des Directives pour les travaux techniques de l'ISO. Elle annule et remplace la Recommandation ISO/R 437-1965, qui avait été approuvée par les comités membres des pays suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	Finlande	Portugal
Australie	Hongrie	Roumanie
Autriche	Inde	Royaume-Uni
Canada	Iran	Suède
Chili	Italie	Suisse
Danemark	Japon	Tchécoslovaquie
Égypte, Rép. arabe d'	Norvège	Turquie
Espagne	Pays-Bas	URSS
France	Pologne	Yougoslavie

Les comités membres des pays suivants l'avaient désapprouvée pour des raisons techniques :

Allemagne, R. F.  
Belgique  
USA

# Aciers et fontes — Dosage du carbone total — Méthode gravimétrique après combustion

## 1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode gravimétrique de dosage du carbone total dans les aciers et fontes, après combustion de la prise d'essai dans un courant d'oxygène.

La méthode est applicable aux teneurs en carbone égales ou supérieures à 0,1 % (*m/m*).

## 2 Références

ISO 377/2, *Prélèvement et préparation des échantillons et des éprouvettes en acier corroyé — Partie 2 : Échantillons et éprouvettes destinés à la détermination de la composition chimique.*

ISO 565, *Tamis de contrôle — Toiles métalliques et tôles perforées — Dimensions nominales des ouvertures.*

## 3 Principe

Combustion de la prise d'essai à une température élevée (1 200 à 1 350 °C) dans un courant d'oxygène pur, si nécessaire, en présence d'un fondant et transformation du carbone en dioxyde de carbone

Absorption par de l'amianté sodé contenu dans des blocs absorbeurs tarés, du dioxyde de carbone entraîné par un courant d'oxygène, et détermination de l'augmentation de masse.

## 4 Réactifs

Au cours de l'analyse, sauf avis contraire, utiliser uniquement des réactifs de pureté analytique reconnue et de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

**4.1 Oxygène**, pureté minimale 99 % (*V/V*).

**4.2 Perchlorate de magnésium**,  $Mg(ClO_4)_2$ , anhydre.

**4.3 Fondants** : oxyde de cuivre, étain, fer pur, etc.

**4.4 Fer électrolytique.**

**4.5 Dioxyde de manganèse ou orthovanadate d'argent**, préparé de la façon suivante.

### 4.5.1 Dioxyde de manganèse

Lorsqu'un produit n'a pas la qualité analytique recommandée, il peut être préparé de la façon suivante :

Peser environ 50 g de dioxyde de manganèse, dissoudre dans un bécher de 4 l, 200 g de sulfate manganéux tétrahydraté ( $MnSO_4 \cdot 4H_2O$ ) dans 2,5 l d'eau. Cette solution étant rendue franchement ammoniacale, ajouter 1 l d'une solution de persulfate d'ammonium (225 g/l) fraîchement préparée et porter le tout à ébullition. Maintenir cette ébullition pendant 10 min et ajouter de l'hydroxyde d'ammonium aussi souvent qu'il est nécessaire pour que le milieu reste ammoniacal. Laisser déposer le précipité.

Si le liquide surnageant n'est pas clair, ou si le précipité ne se dépose pas rapidement, ajouter 50 à 100 ml de solution de persulfate d'ammonium et faire bouillir à nouveau pendant 10 min, en maintenant la solution constamment ammoniacale.

Quand la précipitation paraît totale, laisser déposer complètement le dioxyde de manganèse, éliminer soigneusement le liquide surnageant et laver le précipité par décantation avec 3 à 4 l d'eau chaude par portions de 500 à 600 ml. Bien agiter le dioxyde de manganèse dans l'eau et laisser reposer après chaque lavage et avant décantation. Finalement, laver deux fois de la même façon avec de l'acide sulfurique très dilué.

En même temps, préparer un entonnoir de 15 cm de diamètre muni d'un disque filtrant de 5 cm couvert d'une mince couche de pulpe d'amianté purifié (il est également possible d'employer un entonnoir en porcelaine du type Buchner).

Après le dernier lavage, verser le dioxyde de manganèse sur le filtre et laver à l'eau chaude jusqu'à ce qu'il soit exempt d'ions sulfates. Le placer alors sur une assiette en porcelaine et le sécher à l'étuve à 105 °C.

Broyer le dioxyde de manganèse au mortier de façon qu'il passe au tamis de 0,8 mm d'ouverture de maille et le sécher à nouveau complètement à 105 °C.

1) Actuellement au stade de projet. (Révision partielle de l'ISO/R 377-1964.)

**4.5.2 Orthovanadate d'argent**

Dissoudre 60 g d'orthovanadate de sodium ( $\text{Na}_3\text{VO}_4$ ) dans 400 ml d'eau. Porter à ébullition et faire bouillir pendant 15 min. D'autre part, dissoudre 170 g de nitrate d'argent ( $\text{AgNO}_3$ ) dans 200 ml d'eau.

Verser goutte à goutte la solution de nitrate d'argent dans la solution chaude d'orthovanadate de sodium. Il se forme un précipité abondant jaune orange.

Filtrer le précipité sur un entonnoir Buchner et le laver à l'eau jusqu'à disparition des ions ( $\text{Ag}^+$ ) et vérifier au moyen d'une solution d'ions ( $\text{Cl}^-$ ).

Sécher le précipité une nuit à 80 °C environ. Il peut noircir légèrement.

Broyer et conserver à l'abri de la lumière.

NOTE — L'orthovanadate d'ammonium, insuffisamment soluble, est à prescrire.

**4.6 Amiante sodé**, amiante imprégné d'hydroxyde de sodium, en grains de 2 mm de diamètre environ.

Éviter le contact avec l'air.

**4.7 Amiante platinée.**

**4.8 Mélange d'acide chromique et sulfurique.**

Saturer la solution d'acide sulfurique ( $\rho$  1,83 g/ml environ) avec l'acide chromique. La solution doit avoir une coloration rouge.

**5 Appareillage**

L'appareillage comprend la source d'oxygène et le dispositif pour le purifier, le four avec le tube à combustion, les blocs purificateurs et le système absorbeur du dioxyde de carbone.

Ces différentes parties, qui sont reliées entre elles par des manchons de connexion à fermeture hermétique, sont représentées sur la figure 1.

**5.1 Source d'oxygène** (4.1) (A), avec vanne de réglage de pression.

**5.2 Vanne à mercure** (B).

**5.3 Four à enroulement** (C), muni du tube à combustion en porcelaine non poreuse contenant de l'amiante platiné (4.7) porté à 625 °C.

**5.4 Bloc sécheur et purificateur de l'oxygène** (D), contenant du perchlorate de magnésium (4.2) et de l'amiante sodé (4.6), séparés par de la laine de verre (diamètre des tubes 25 mm, hauteur 100 mm environ) reliés par un manchon.

**5.5 Four à enroulement ou à baguette** (E), en carborundum ou métallique et capable de porter la température de tube à combustion jusqu'à 1 350 °C.

NOTE — On peut aussi utiliser des fours à induction.

**5.6 Couple thermoélectrique** (F), pour la mesure de la température. La pointe du thermocouple, protégée par une gaine, est placée près de la surface extérieure du tube à combustion. La relation entre la température intérieure du tube et les indications du pyromètre aura été établie au préalable.

**5.7 Tube à combustion** (G), en réfractaire non poreux à la température des essais, d'un diamètre intérieur de 20 à 30 mm et d'une longueur de 650 mm au minimum, afin que les extrémités des tubes ne s'échauffent pas pendant la combustion.

Les joints d'étanchéité sont disposés à l'extérieur du tube à combustion à ses deux extrémités.

**5.8 Nacelle** (H), en réfractaire avec œillet (longueur 80 à 100 mm, largeur 12 à 14 mm, hauteur 8 à 9 mm), préalablement calcinée dans un courant d'oxygène à la température d'emploi.

**5.9 Tampon** (I), de laine d'amiante calciné ou de laine de quartz servant de filtre à gaz.

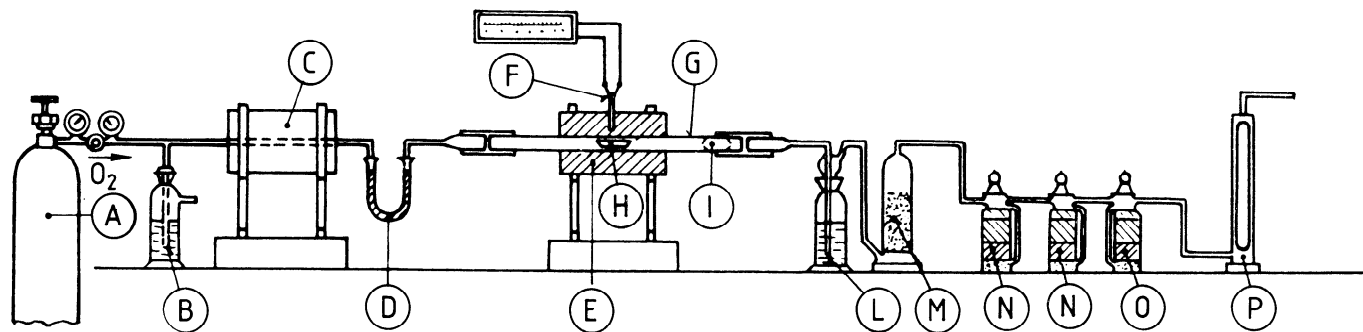


Figure 1

**5.10 Flacon laveur ou barboteur (L)**, contenant du dioxyde de manganèse ou de l'orthovanadate d'argent (4.5). Quand on analyse des prises d'essai à haute teneur en soufre, il est préférable d'utiliser deux flacons laveurs de dioxyde de manganèse ou un flacon laveur de dioxyde de manganèse et un mélange d'acide chromique et sulfurique (4.8).

**5.11 Flacon sécheur (M)**, contenant du perchlorate de magnésium (4.2).

**5.12 Flacons absorbeurs tarés (N)**, pour l'absorption du dioxyde de carbone, contenant de l'amiante sodé (4.6) et une certaine quantité de perchlorate de magnésium (4.2) pour arrêter l'eau qui se forme pendant l'absorption du dioxyde de carbone. La masse totale de chaque flacon absorbeur, prêt à l'usage (voir figure 2), ne doit pas dépasser 100 g.

**5.13 Flacon absorbeur non taré (O)**, inversé par rapport à (N).

**5.14 Débitmètre (P)**.

## 6 Échantillonnage

L'échantillonnage doit être effectué conformément à l'ISO 377/2 ou aux normes nationales appropriées relatives aux fontes.

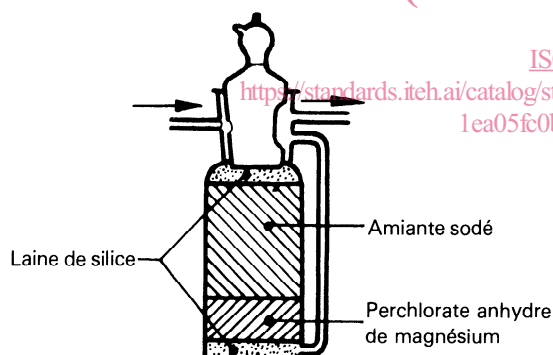


Figure 2

## 7 Mode opératoire

**AVERTISSEMENT** — Le contact entre le perchlorate de magnésium et des matières organiques doit être évité en raison des risques éventuels d'explosion.

### 7.1 Préparation de l'appareillage

Après avoir contrôlé l'étanchéité de l'appareil à la pression et l'efficacité de la purification de l'oxygène (4.1) et atteint la température requise de 1 200 à 1 350 °C dans la zone de combustion du four (E) (employer la température la plus élevée dans le cas d'aciers fortement alliés), faire passer l'oxygène pendant 10 à 15 min dans l'appareil, à raison de 300 à 500 ml/min de gaz, selon le diamètre du tube utilisé.

Détacher ensuite les flacons absorbeurs (N) et les peser à la température ambiante et les remettre en place.

### 7.2 Prise d'essai

Préparer la prise d'essai sous forme de copeaux très courts d'une épaisseur de quelques dixièmes de millimètre.

Conformément à la teneur présumée en carbone, peser à 0,001 g près, les masses suivantes ( $m_3$ ) de la prise d'essai :

- a) pour des teneurs en C de 0,1 à 1 % :  $m_3 = 2$  g environ;
- b) pour des teneurs en C de 1 à 2 % :  $m_3 = 1$  g environ;
- c) pour des teneurs en C supérieures à 2 % :  $m_3 = 0,5$  g environ.

### 7.3 Essai à blanc

Effectuer l'essai à blanc par la combustion de la nacelle (H) en présence de la même quantité de fondant (4.3) utilisée dans l'analyse, et déterminer soigneusement l'augmentation de la masse ( $m_2$ ) du flacon absorbeur (N).

Lorsqu'il y a doute concernant la pureté de la nacelle, on vérifie cette pureté en faisant la combustion de la même nacelle en présence de la même quantité de fondant (4.3) utilisée dans l'analyse et soigneusement pesée, et d'une quantité pesée de fer électrolytique (4.4).

### 7.4 Combustion

Introduire la prise d'essai (7.2) dans la nacelle (H) et, si nécessaire, ajouter à la prise d'essai 1 à 2 g de fondant (4.3), notamment dans le cas des aciers fortement alliés.

Ouvrir le tube à combustion à l'extrémité par laquelle l'oxygène arrive et, à l'aide d'un fil en nickel rigide, introduire la nacelle (H) avec la prise d'essai dans le milieu de la zone chauffée du tube. Fermer rapidement le tube et, après environ 1 min, faire passer un courant d'oxygène à un débit de 300 à 500 ml/min, selon le diamètre de tube utilisé. Au bout de 1 min environ, lorsque la combustion est terminée, continuer à faire passer l'oxygène pendant encore 15 à 20 min, de façon à déplacer complètement le dioxyde de carbone du tube à combustion (G), du flacon laveur (L) et du sécheur (M).

NOTE — Des durées plus courtes peuvent être utilisées, quand il s'agit de basses teneurs en carbone et lorsqu'on utilise des fours à induction.

### 7.5 Dosage

Couper le courant d'oxygène, fermer les robinets des flacons absorbeurs tarés (N) et retirer la nacelle en porcelaine du tube à combustion (G). Il faut vérifier que la combustion s'est bien effectuée, en examinant la masse fondue contenue dans la nacelle retirée du four.

Détacher les flacons absorbeurs (N) et les peser à température ambiante. Il est recommandé d'éliminer les éventuelles charges électrostatiques sur les flacons absorbeurs par une mise à la terre de l'équipage mobile de la balance. L'augmentation de la masse représente le dioxyde de carbone absorbé ( $m_1$ ).

## 8 Expression des résultats

La teneur en carbone est donnée, en pourcentage en masse, par la formule

$$0,273 \frac{m_1 - m_2}{m_3} \times 100$$
$$= 27,3 \frac{m_1 - m_2}{m_3}$$

où

$m_1$  est la masse, en grammes, du dioxyde de carbone obtenue par combustion de la prise d'essai;

$m_2$  est la masse, en grammes, obtenue avec l'essai à blanc;

$m_3$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai;

0,273 est le facteur de conversion de dioxyde de carbone en carbone.

## 9 Procès-verbal d'essai

Le procès-verbal d'essai doit contenir les indications suivantes :

- a) la méthode employée, par référence à la présente Norme internationale;
- b) le résultat obtenu, ainsi que la forme sous laquelle il est exprimé;
- c) le compte rendu de tous détails particuliers éventuellement relevés au cours du dosage;
- d) le compte rendu de toutes opérations non prévues dans la présente Norme internationale, ou de toutes opérations facultatives qui ont pu avoir une influence sur le résultat.

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/52eeeb15-2bba-4236-ae4b-1ea05fc0b1b3/iso-437-1982>

Page blanche

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 437:1982

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/52eeeb15-2bba-4236-ae4b-1ea05fc0b1b3/iso-437-1982>

Page blanche

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 437:1982

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/52eeeb15-2bba-4236-ae4b-1ea05fc0b1b3/iso-437-1982>