NORME INTERNATIONALE

ISO 439

Deuxième édition
1994-04-01

Aciers et fontes — Dosage du silicium total — Méthode gravimétrique

Steel and iron — Determination of total silicon content — Gravimetric method

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 439:1994
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a69548c0-5679-4276-b52b-690b38f68af4/iso-439-1994

NORME ISO

Numéro de référence
ISO 439:1994(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.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

La Norme internationale ISO 439 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 17, *Acier*, sous-comité SC 1, *Méthodes de détermination de la composition chimique*.

ISO 439:1994
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a69548c0-5679-4276-b52b-690b38f68af4/iso-439-1994

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 439:1982), dont elle constitue une révision technique.

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

© ISO 1994
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

Imprimé en Suisse

Aciers et fontes — Dosage du silicium total — Méthode gravimétrique

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode gravimétrique pour le dosage du silicium total dans les aciers et les fontes.

La méthode est applicable aux teneurs en silicium comprises entre 0,10 % (*m/m*) et 5,0 % (*m/m*) (voir note 1).

NOTE 1 Pour les aciers contenant du molybdène, du niobium, du tantale, du titane, du tungstène, du zirconium ou de fortes teneurs en chrome, les résultats sont moins précis que pour les aciers non alliés (voir annexe A).

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 439:1994
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a07ae0a9-9f9-4278-b528-690b38f68af4/iso-439-1994

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 377-2:1989, *Prélèvement et préparation des échantillons et éprouvettes en aciers corroyés — Partie 2: Échantillons pour la détermination de la composition chimique.*

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

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

ISO 1042:1983, *Verrerie de laboratoire — Fioles jaugées à un trait.*

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

ISO 5725:1986, *Fidélité des méthodes d'essai — Détermination de la répétabilité et de la reproductibilité d'une méthode d'essai normalisée par essais interlaboratoires.*

3 Principe

Attaque d'une prise d'essai par les acides chlorhydrique et nitrique.

Transformation des composés à base de silicium solubles dans l'acide en dioxyde de silicium hydraté par évaporation à fumées blanches de l'acide perchlorique. Filtration du dioxyde de silicium hydraté et des composés à base de silicium insolubles dans l'acide, calcination pour former du dioxyde silicium impur et pesée.

Traitement du résidu calciné par les acides fluorhydrique et sulfurique, suivi de calcination et pesée.

4 Réactifs

Au cours de l'analyse, sauf spécification contraire, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau de qualité 2 comme spécifié dans l'ISO 3696.

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

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

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

4.4 Acide nitrique, ρ environ 1,40 g/ml, dilué 3 + 1.

4.5 Acide fluorhydrique, ρ environ 1,14 g/ml.

4.6 Acide perchlorique, ρ environ 1,67 g/ml (voir note 2).

NOTE 2 L'acide perchlorique (ρ environ 1,54 g/ml) peut aussi être utilisé.

4.7 Acide sulfurique, ρ environ 1,83 g/ml, dilué 1 + 1.

5 Appareillage

Toute la verrerie jaugée doit être de classe A, conformément à l'ISO 385-1, l'ISO 648 et l'ISO 1042, selon le cas.

Verrerie ordinaire de laboratoire et,

5.1 Creusets en platine, de capacité de 30 ml environ.

5.2 Four à moufle, réglable de 800 °C à 1 100 °C.

5.3 Papier-filtre, texture moyenne, à basse teneur connue en cendres.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 439:1994
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9a9f7f0a-7914276-b52b-690b38f68af4/iso-439-1994

6 Échantillonnage

Effectuer l'échantillonnage conformément à l'ISO 377-2 ou à des normes nationales appropriées pour les aciers et les fontes.

7 Mode opératoire

AVERTISSEMENT — Les vapeurs d'acide perchlorique peuvent provoquer des explosions en présence d'ammoniac, de fumées nitreuses ou de tout corps organique en général. Les évaporations doivent être effectuées sous des hottes adaptées à l'acide perchlorique.

7.1 Prise d'essai

Utiliser des fraisures ou perçures réduites à une épaisseur maximale de 0,2 mm.

En fonction de la teneur présumée en silicium, peser, à 1 mg près, les masses (m_0) de la prise d'essai suivantes:

a) pour une teneur en silicium comprise entre 0,10 % (*m/m*) et 0,50 % (*m/m*): $m_0 \approx 5$ g;

b) pour une teneur en silicium comprise entre 0,50 % (*m/m*) et 2,5 % (*m/m*): $m_0 \approx 2{,}5$ g;

c) pour une teneur en silicium comprise entre 2,5 % (*m/m*) et 5,0 % (*m/m*): $m_0 \approx 1$ g.

7.2 Essai à blanc

Effectuer, parallèlement au dosage, un essai à blanc en suivant le même mode opératoire et avec les mêmes quantités de tous les réactifs.

7.3 Dosage

7.3.1 Attaque acide de la prise d'essai et formation du dioxyde de silicium hydraté

Placer la prise d'essai (7.1) dans un bécher en verre résistant aux acides de capacité convenable.

Ajouter 30 ml d'acide chlorhydrique (4.1), couvrir le bécher avec un verre de montre et chauffer doucement jusqu'à ce que l'action du solvant cesse. Oxyder doucement par addition de 15 ml d'acide nitrique (4.4). À la fin de la réaction assez vive qui se produit, rincer le verre de montre avec un peu d'eau chaude, et recueillir les eaux de lavage dans le bécher. Ajouter 1 volume d'acide perchlorique (4.6) conformément au tableau 1.

Tableau 1

Masse de la prise d'essai (7.1)	Volume de l'acide perchlorique (4.6) ml	
g	ρ = 1,67 g/ml	ρ = 1,54 g/ml
5	60	75
2,5	40	50
1	25	35

AVERTISSEMENT — L'acide perchlorique (4.6) doit être ajouté avec précaution, par petites portions, spécialement quand la prise d'essai est de 5 g, pour éviter le bouillonnement de la solution dû à une réaction trop violente.

Chauffer légèrement le bécher découvert, jusqu'à attaque complète et augmenter ensuite la vitesse de chauffage. Dès l'apparition des premières fumées blanches d'acide perchlorique, couvrir le bécher avec le verre de montre et continuer le chauffage à fumées blanches pendant 20 min environ. Laisser refroidir, reprendre avec précaution par 5 ml d'acide chlorhy-

drique (4.1), chauffer légèrement, diluer avec 100 ml d'eau à une température de 70 °C à 80 °C et chauffer à nouveau jusqu'à dissolution des sels (tout en évitant l'ébullition).

NOTE 3 Pour les échantillons contenant de fortes teneurs en chrome, plus de 5 ml d'acide chlorhydrique (4.1) doivent être ajoutés pour réduire le chrome hexavalent.

7.3.2 Filtration et lavage

Détacher, avec une baguette de verre à bout de caoutchouc, le dioxyde de silicium hydraté ou les composés à base de silicium insolubles dans l'acide, adhérant au bécher, et filtrer aussitôt sur un papier-filtre (5.3), garni d'un peu de pulpe de papier-filtre de la même qualité.

Laver le bécher et le filtre à l'acide chlorhydrique chaud (4.3) en transférant sur le filtre le dioxyde de silicium hydraté ou les composés à base de silicium insolubles dans l'acide, et compléter le lavage d'abord à l'acide chlorhydrique chaud (4.2), ensuite à l'eau froide; poursuivre le lavage jusqu'à élimination complète des sels de fer.

NOTE 4 Laver parfaitement le filtre afin d'éviter les déflagrations et la perte de résidu dues à l'acide perchlorique lors de l'incinération.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 439:1994
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a69548c0-5679-4276-b5f4-0906381b8af4/iso-439-1994

7.3.3 Récupération du dioxyde de silicium dans le filtrat

Transvaser le filtrat et les eaux de lavage dans le bécher précédemment employé pour l'attaque, les faire évaporer par chauffage jusqu'à dégagement abondant de fumées blanches d'acide perchlorique et maintenir le reflux stable d'acide sur la paroi du bécher pendant 20 min environ. Reprendre et diluer selon les modalités indiquées en 7.3.1, filtrer ensuite sur un deuxième papier-filtre (5.3) et laver selon les modalités indiquées en 7.3.2.

7.3.4 Calcination, volatilisation et pesée

Réunir les deux filtres et leurs contenus dans un creuset en platine (5.1). Chauffer à une température de 500 °C à 600 °C jusqu'à incinération complète des filtres, puis couvrir partiellement le creuset avec un couvercle en platine et calciner au four à moufle (5.2) à 1 100 °C pendant 30 min à 45 min, suivant la qualité de dioxyde de silicium ou, pour les échantillons contenant du molybdène, jusqu'à masse constante.

Laisser refroidir, ajouter dans le creuset 2 ml environ d'acide sulfurique (4.7), chauffer avec précaution et continuer le chauffage jusqu'à élimination complète des vapeurs sulfuriques. Calciner ensuite au four à moufle à 800 °C jusqu'à masse constante.

Laisser refroidir dans un dessiccateur et peser le creuset et son contenu (masse en grammes: m_1).

Humecter ensuite le dioxyde de silicium calciné avec quelques gouttes d'acide sulfurique (4.7) (voir note 5), ajouter 5 ml environ d'acide fluorhydrique (4.5), évaporer à sec et continuer le chauffage jusqu'à élimination complète des vapeurs sulfuriques.

NOTE 5 En présence de molybdène, de niobium, de tantale, de titane, de tungstène ou de zirconium, ajouter 2 ml d'acide sulfurique (4.7) afin d'éviter toute volatilisation partielle de fluorures de ces éléments.

Parfaire la calcination au four à moufle à 800 °C pendant 10 min.

Laisser refroidir dans un dessiccateur, puis peser le creuset et son contenu (masse en grammes: m_2).

8 Expression des résultats

8.1 Méthode de calcul

La teneur en silicium, w_{Si}, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par l'équation suivante:

$$w_{Si} = 0{,}467\,4 \times \frac{(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)}{m_0} \times 100$$

$$= 46{,}74 \times \frac{(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)}{m_0}$$

où

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai (7.1);

m_1 est la masse, en grammes, du creuset et du dioxyde de silicium;

m_2 est la masse, en grammes, du creuset et du résidu après volatilisation du dioxyde de silicium;

m_3 est la masse, en grammes, du creuset et du dioxyde de silicium impur dans l'essai à blanc;

m_4 est la masse, en grammes, du creuset et du résidu après volatilisation du dioxyde de silicium dans l'essai à blanc;

0,467 4 est le facteur de conversion du dioxyde de silicium en silicium (Si/SiO_2).

Limiter le résultat à la deuxième décimale.

© ISO

8.2 Fidélité

Un essai planifié de cette méthode a été effectué par 26 laboratoires à 9 niveaux de teneur en silicium total. Chaque laboratoire a effectué trois déterminations de la teneur en silicium total à chaque niveau (voir notes 6 et 7).

Les échantillons utilisés et les résultats moyens obtenus sont donnés au tableau A.1.

Les résultats ont été traités statistiquement conformément à l'ISO 5725.

Les données obtenues montrent une relation logarithmique entre la teneur en silicium et la répétabilité (r) et la reproductibilité (R et R_w) des résultats d'essai (voir note 8) comme indiqué au tableau 2. La représentation graphique des données est indiquée à la figure B.1.

Tableau 2

Teneur en silicium % (m/m)	Répétabilité r	Reproductibilité R	Reproductibilité R_w
0,10	0,010 5	0,013 9	0,010 5
0,20	0,013 8	0,019 3	0,014 8
0,50	0,019 8	0,030 0	0,023 3
1,00	0,025 9	0,041 9	0,032 9
2,00	0,034 0	0,058 5	0,046 5
5,00	0,048 7	0,090 9	0,073 4

NOTES

6 Deux des trois dosages ont été effectués dans les conditions de répétabilité comme définies dans l'ISO 5725, c'est-à-dire un opérateur, le même appareillage, des conditions opératoires identiques (même étalonnage) et une période de temps minimale.

7 Le troisième dosage a été effectué à un moment différent (jour différent), par le même opérateur, comme décrit en note 6, en utilisant le même appareillage avec un nouvel étalonnage.

8 À partir des valeurs obtenues le 1er jour, la répétabilité (r) et la reproductibilité (R) ont été calculées selon la procédure prescrite dans l'ISO 5725. À partir de la première valeur obtenue le 1er jour et le résultat obtenu le 2e jour, la reproductibilité intralaboratoire (R_w) a été calculée.

9 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

a) toute information nécessaire à l'identification de l'échantillon, du laboratoire et de la date de l'analyse;

b) la méthode employée, par référence à la présente norme internationale;

c) les résultats obtenus, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;

d) le compte rendu de tout détail particulier éventuellement relevé au cours du dosage;

e) le compte rendu de toute opération non prévue dans la présente Norme internationale, ou de toute opération facultative ayant pu avoir une influence sur le résultat.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 439:1994
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0f0b4236-1c2b-090b38f68af4/iso-439-1994

Annexe A
(informative)

Renseignements supplémentaires sur les essais coopératifs internationaux

Le tableau 2 a été établi à partir des résultats des essais analytiques internationaux effectués en 1991 sur huit échantillons d'acier et un échantillon de fonte dans onze pays, soit au total 26 laboratoires.

Les résultats des essais ont été reproduits dans le document ISO/TC 17/SC 1 N 934, d'avril 1992. La représentation graphique des données de fidélité est donnée à l'annexe B.

Les échantillons pour essai utilisés sont donnés dans le tableau A.1.

Tableau A.1

Échantillon	Teneur en silicium, % (*m/m*)			Fidélité		
	Certifiée	Trouvée		Répétabilité	Reproductibilité	
		$\overline{w}_{Si,1}$	$\overline{w}_{Si,2}$	r	R	R_w
BCS 460/1 (acier peu allié) [0,066Nb]	0,098	0,097 3	0,097 2	0,007 6	0,010 3	0,007 8
BCS 220/2 (acier à outil) [5Cr, 0,3Co, 5Mo, 2V, 7W]	0,19	0,194	0,192	0,024 9	0,032 4	0,022 6
JSS 030-6 (acier non allié)	0,26	0,255	0,255	0,013 4	0,016 3	0,015 7
ECRM 292-1 (acier inoxydable) [18Cr, 10Ni, 0,6Nb]	0,402	0,404	0,403	0,021 8	0,043 4	0,026 4
BCS 410/2 (acier peu allié) [1,7Cr, 2Ni, 0,4Mo, 0,4V]	1,10	1,090	1,091	0,015 0	0,024 6	0,020 6
ECRM 481-1 (fonte) [1Ni, 0,05Mg]	2,29	2,284	2,289	0,028 0	0,052 0	0,042 0
BCS 206/3 (acier à forte teneur en Si et P [3Si, 1,6P]	3,17	3,155	3,152	0,055 9	0,082 9	0,069 5
ECRM F 114-1 (acier à forte teneur en Si)	4,0[1)]	4,012	4,014	0,068 2	0,077 6	0,083 9
CE 034 (acier au silicium)	5,18	5,152	5,149	0,037 4	0,115	0,068 7

$\overline{w}_{Si,1}$, moyenne générale sur 1 jour
$\overline{w}_{Si,2}$, moyenne générale sur 2 jours

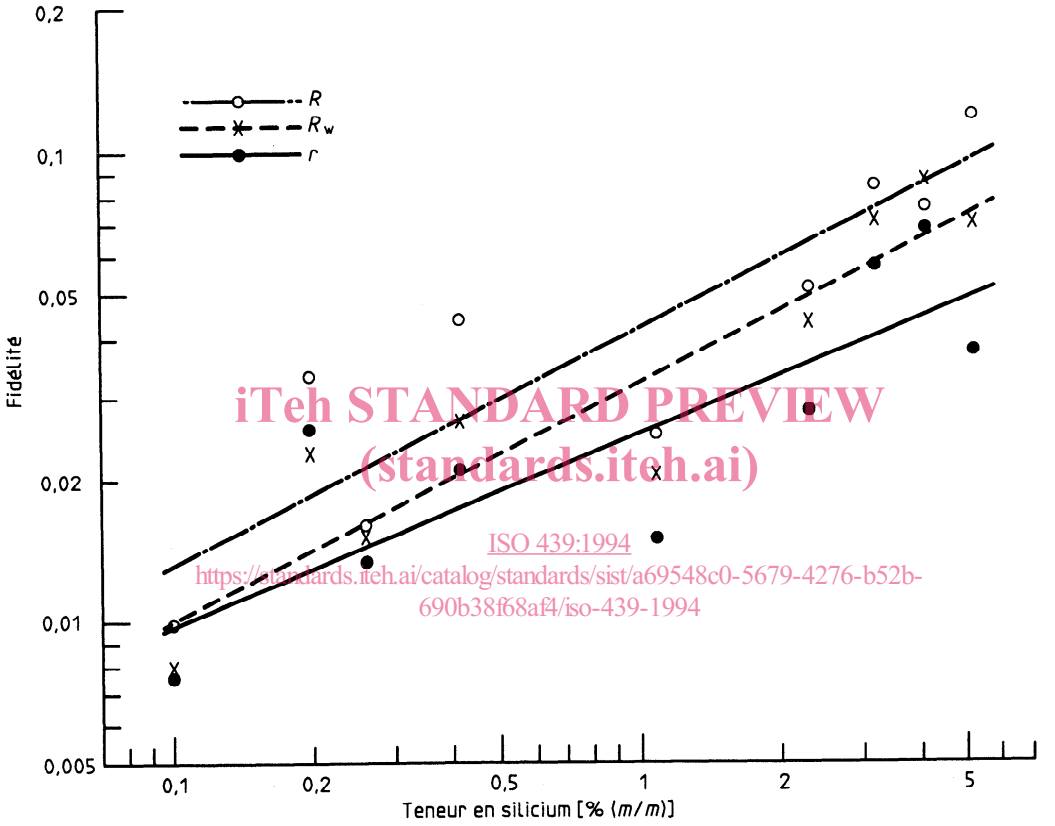
1) Valeur non certifiée.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 439:1994
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a69548c0-5679-4276-b52b-690b38f68af4/iso-439-1994

© ISO

Annexe B
(informative)

Représentation graphique des données de fidélité



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 439:1994
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a69548c0-5679-4276-b52b-690b38f68af4/iso-439-1994

$\lg r = 0{,}391\,8 \lg \overline{w}_{Si,1} - 1{,}586$

$\lg R_w = 0{,}498\,1 \lg \overline{w}_{Si,2} - 1{,}482$

$\lg R = 0{,}480\,5 \lg \overline{w}_{Si,1} - 1{,}377$

où

$\overline{w}_{Si,1}$ est la teneur moyenne en silicium, exprimée en pourcentage en masse, obtenue sur un même jour;

$\overline{w}_{Si,2}$ est la teneur moyenne en silicium, exprimée en pourcentage en masse, obtenue sur plusieurs jours.

Figure B.1 — Rapport logarithmique entre la teneur en silicium ($\overline{w}_{Si}$) et la répétabilité (r) ou la reproductibilité (R et R_w)

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 439:1994
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a69548c0-5679-4276-b52b-690b38f68af4/iso-439-1994