

---

# Norme internationale



# 629

---

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION • МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ • ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

---

## Aciers et fontes — Dosage du manganèse — Méthode spectrophotométrique

*Steel and cast iron — Determination of manganese content — Spectrophotometric method*

Première édition — 1982-11-15

iteh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

[ISO 629:1982](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dc029163-2a4e-451f-939d-7900659e38e3/iso-629-1982>

---

CDU 669.13/.14 : 543.42 : 546.711

Réf. n° : ISO 629-1982 (F)

Descripteurs : acier, fonte métallique, analyse chimique, dosage, manganèse, méthode spectrophotométrique.

Prix basé sur 4 pages

## 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 629 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 629-1967, qui avait été approuvée par les comités membres des pays suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	Espagne	Roumanie
Allemagne, R. F.	France	Royaume-Uni
Australie	Hongrie	Suède
Autriche	Inde	Suisse
Belgique	Israël	Tchécoslovaquie
Brésil	Italie	Turquie
Canada	Japon	URSS
Chili	Nouvelle-Zélande	USA
Corée, Rép. de	Norvège	Yougoslavie
Danemark	Pays-Bas	
Égypte, Rép. arabe d'	Pologne	

Le comité membre du pays suivant l'avait désapprouvée pour des raisons techniques :

Portugal

# Aciers et fontes — Dosage du manganèse — Méthode spectrophotométrique

## 1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode spectrophotométrique de dosage du manganèse dans les aciers et les fontes.

La méthode est applicable aux teneurs en manganèse comprises entre 0,01 et 4 % (*m/m*).

## 2 Référence

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.*<sup>1)</sup>

## 3 Principe

Mise en solution d'une prise d'essai dans un mélange sulfo-phosphorique et d'acide nitrique. Traitement de la solution d'essai avec l'acide perchlorique. Formation d'un ion permanganate par le periodate de sodium.

Mesurage spectrophotométrique de la solution d'essai à une longueur d'onde voisine de 545 nm.

## 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.

NOTE — Vérifier par des essais à blanc que les réactifs sont exempts de manganèse. Si nécessaire, les résultats seront corrigés en conséquence.

### 4.1 Eau, exempte de matières organiques.

Porter à ébullition l'eau acidifiée avec 10 ml/l d'acide sulfurique ( $\rho$  1,83 g/ml environ), ajouter quelques cristaux de periodate de sodium ( $\text{NaIO}_4$ ) et maintenir à l'ébullition pendant 10 min.

### 4.2 Fer pur, exempt de manganèse.

### 4.3 Acide chlorhydrique, $\rho$ 1,19 g/ml environ.

### 4.4 Acide nitrique, $\rho$ 1,40 g/ml environ.

### 4.5 Acide perchlorique, $\rho$ 1,67 g/ml environ.

NOTE — Il est également possible d'employer l'acide perchlorique  $\rho$  1,54 g/ml environ. 100 ml d'acide perchlorique  $\rho$  1,67 g/ml environ équivalent à 127 ml d'acide perchlorique  $\rho$  1,54 g/ml environ.

### 4.6 Acide perchlorique, dilué 1 + 499.

### 4.7 Mélange d'acide sulfo-phosphorique.

Ajouter dans l'ordre suivant, à 600 ml d'eau, avec précaution et en agitant, 100 ml d'acide sulfurique ( $\rho$  1,83 g/ml environ) et 150 ml d'acide phosphorique ( $\rho$  1,71 g/ml environ). Refroidir et diluer à 1 000 ml avec de l'eau.

### 4.8 Solution de periodate de sodium, 50 g/l.

### 4.9 Manganèse, solution étalon.

#### 4.9.1 Solution mère.

Peser, à 0,001 g près, 2,877 g de permanganate de potassium, dissoudre dans 500 ml d'eau et ajouter 10 ml d'acide sulfurique ( $\rho$  1,83 g/ml environ). Décolorer la solution par du peroxyde d'hydrogène [30 % (*m/m*) environ] ou un courant de dioxyde de soufre. Dans ce dernier cas, éliminer par ébullition l'excès de réactif.

Après refroidissement, transvaser la solution dans une fiole jaugée de 1 000 ml, diluer au volume avec de l'eau et homogénéiser.

1 ml de solution mère contient 1,00 mg de Mn.

#### 4.9.2 Solution étalon A.

Introduire 100 ml de la solution mère de manganèse (4.9.1) dans une fiole jaugée de 1 000 ml, diluer au volume avec de l'eau et homogénéiser.

1 ml de solution étalon A contient 0,1 mg de Mn.

#### 4.9.3 Solution étalon B.

Introduire 250 ml de la solution étalon A (4.9.2) dans une fiole jaugée de 1 000 ml, diluer au volume avec de l'eau et homogénéiser.

1 ml de solution étalon B contient 0,025 mg de Mn.

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

## 5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

### 5.1 Spectrophotomètre.

## 6 Échantillonnage

Suivant l'ISO 377/2 ou les normes nationales appropriées relatives aux fontes.

## 7 Mode opératoire

**AVERTISSEMENT :** Les vapeurs d'acide perchlorique peuvent produire des explosions en présence d'ammoniac, de vapeurs nitreuses ou de matières organiques en général.

### 7.1 Prise d'essai

En fonction de la teneur présumée en manganèse, peser à 0,001 g près, les masses de la prise d'essai,  $m$ , indiquées ci-dessous :

- pour des teneurs en manganèse inférieures à 0,05 % (m/m) :  $m = 2$  g environ;
- pour des teneurs en manganèse comprises entre 0,05 et 2 % (m/m) :  $m = 1$  g environ;
- pour des teneurs en manganèse supérieures à 2 % (m/m) :  $m = 0,5$  g environ.

### 7.2 Dosage

#### 7.2.1 Préparation de la solution d'essai

Introduire la prise d'essai (7.1) dans une fiole conique de 250 ml et ajouter 50 ml du mélange d'acide sulfo-phosphorique (4.7) et chauffer doucement jusqu'à fin d'effervescence. L'attaque terminée, oxyder la solution avec quelques gouttes d'acide nitrique (4.4) et ajouter 20 ml d'acide perchlorique (4.5). Évaporer jusqu'à émission de fumées blanches d'acide perchlorique et maintenir à cette température pendant 10 min.

Après refroidissement, reprendre avec de l'eau, diluer jusqu'à 70 à 80 ml et faire bouillir. Si nécessaire, filtrer et laver avec de l'acide perchlorique chaud (4.6).

Recueillir le filtrat dans une fiole jaugée de 100 ml. Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser. On obtient la solution  $S_1$ .

NOTE — Dans le cas d'échantillons qui ne sont pas attaqués facilement par le mélange d'acide sulfo-phosphorique (4.7), ajouter aussi 10 ml d'acide chlorhydrique (4.3) et 10 ml d'acide nitrique (4.4) pour faciliter la mise en solution.

#### 7.2.2 Formation du composé coloré pour la prise d'essai

Introduire dans une fiole conique de 250 ml, selon la teneur présumée en manganèse, les quantités de solution  $S_1$  et de réactifs indiquées dans le tableau 1.

Porter à ébullition, ajouter 10 ml de solution de periodate de sodium (4.8), faire bouillir pendant 2 min et maintenir à 90 °C pendant 10 min. Faire refroidir à la température ambiante. Transvaser dans une fiole jaugée de 100 ml, et diluer au volume avec de l'eau (4.1) et homogénéiser.

#### 7.2.3 Préparation de la solution de compensation

Prélever le même volume de solution  $S_1$ , de l'eau et de mélange d'acide sulfo-phosphorique (4.7) que pour la formation du composé coloré pour la prise d'essai (7.2.2). Ajouter 2 ou 3 gouttes d'acide chlorhydrique (4.3) et porter à ébullition pendant quelques minutes.

Après refroidissement, transvaser dans une fiole jaugée de 100 ml, diluer au volume avec de l'eau et homogénéiser.

#### 7.2.4 Mesurages spectrophotométriques

Effectuer les mesurages spectrophotométriques de la solution d'essai (7.2.2), en employant le spectrophotomètre (5.1) à une longueur d'onde voisine de 545 nm, après avoir ajusté l'appareil au zéro d'absorbance par rapport à la solution de compensation (7.2.3).

#### 7.2.5 Etablissement de la courbe d'étalonnage

##### 7.2.5.1 Préparation des solutions témoins

##### 7.2.5.1.1 Pour des teneurs en manganèse inférieures à 0,05 % (m/m)

Peser à 0,001 g près, 2,000 g de fer pur (4.2). Transvaser dans une série de six fioles coniques de 250 ml, ajouter 50 ml de mélange d'acide sulfo-phosphorique (4.7) et chauffer doucement jusqu'à fin d'effervescence. L'attaque terminée, oxyder la solution avec quelques gouttes d'acide nitrique (4.4) et ajouter 20 ml d'acide perchlorique (4.5). Évaporer jusqu'à émission de fumées blanches d'acide perchlorique et maintenir à cette température pendant 10 min.

Après refroidissement, reprendre avec de l'eau, diluer jusqu'à 70 à 80 ml et faire bouillir. Si nécessaire, filtrer et laver avec de l'acide perchlorique chaud (4.6).

Recueillir le filtrat dans une fiole jaugée de 100 ml. Après refroidissement, diluer au volume avec de l'eau et homogénéiser. On obtient la solution  $S_2$ .

Dans une série de six fioles coniques de 250 ml, introduire les quantités de la solution étalon de manganèse indiquées dans le tableau 2.

Diluer les volumes ci-dessus à 25 ml avec de l'eau, ajouter 40,0 ml de la solution  $S_2$  et 5 ml du mélange d'acide sulfo-phosphorique (4.7). Continuer selon chapitre 7.2.2, à partir de «Porter à ébullition...».

**7.2.5.1.2** Pour des teneurs en manganèse comprises entre 0,05 et 4 % (m/m)

Peser à 0,001 g près, 1 g environ de fer pur (4.2). Transvaser dans une fiole conique de 250 ml, ajouter 50 ml de mélange d'acide sulfo-phosphorique (4.7) et chauffer doucement jusqu'à fin d'effervescence. L'attaque terminée, oxyder la solution avec quelques gouttes d'acide nitrique (4.4) et ajouter 20 ml d'acide perchlorique (4.5). Évaporer jusqu'à émission de fumées blanches d'acide perchlorique et maintenir à cette température pendant 10 min.

Après refroidissement, reprendre avec de l'eau, diluer jusqu'à 70 à 80 ml et faire bouillir. Si nécessaire, filtrer et laver avec l'acide perchlorique chaud (4.6).

Recueillir le filtrat dans une fiole conique de 100 ml. Après refroidissement, diluer au volume avec de l'eau et homogénéiser. On obtient la solution S<sub>3</sub>.

Dans une série de six fioles coniques de 250 ml, introduire les quantités de la solution étalon A de manganèse (4.9.2) indiquées dans le tableau 3.

Diluer les volumes ci-dessus à 25 ml avec de l'eau, ajouter 10 ml de la solution S<sub>3</sub> et 20 ml du mélange d'acide sulfo-phosphorique (4.7). Continuer selon chapitre 7.2.2 à partir de «Porter à ébullition...».

**Tableau 1 — Guide de dilution pour la prise d'essai**

Teneur présumée en Mn % (m/m)	Masse de la prise d'essai initiale g	Prélèvement solution S <sub>1</sub> ml	Masse de la prise d'essai équivalente g	Eau à ajouter ml	Mélange acide sulfo-phosphorique (4.7) à ajouter ml
inférieure à 0,05	2	40,0	0,80	10	5
0,05 à 0,50	1	40,0	0,40	10	5
0,10 à 1,00	1	20,0	0,20	20	15
0,20 à 2,00	1	10,0	0,10	25	20
0,40 à 4,00	0,5	10,0	0,05	25	20

ISO 629:1982

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dc029163-2a4e-451f-939d-7900659e38e3/iso-629-1982>

**Tableau 2 — Guide de préparation pour la solution de référence en manganèse inférieure à 0,05 % (m/m)**

		1	2	3	4	5	6	Fioles
Introduire		0	2,0	5,0	10,0	15,0	20,0	ml de solution étalon B (4.9.3)
contenant		0	0,050	0,125	0,250	0,375	0,500	mg de manganèse
correspondant à								
sur une prise d'essai de	et un prélèvement de							
2 g	40 ml	0	0,006	0,016	0,031	0,047	0,063	% (m/m) de manganèse

**Tableau 3 — Guide de préparation pour la solution de référence en manganèse comprise entre 0,05 % et 4 % (m/m)**

		1	2	3	4	5	6	Fioles
Introduire		0	2,0	5,0	10,0	15,0	20,0	ml de la solution étalon A (4.9.2)
contenant		0	0,20	0,50	1,00	1,50	2,00	mg de manganèse
correspondant à								
sur une prise d'essai de	et un prélèvement de							
1 g	40 ml	0	0,050	0,125	0,250	0,375	0,500	% (m/m) de manganèse
	20 ml	0	0,100	0,250	0,500	0,750	1,000	
	10 ml	0	0,200	0,500	1,000	1,500	2,000	
0,5 g	10 ml	0	0,400	1,000	2,000	3,000	4,000	

**7.2.5.2 Mesurages spectrophotométriques**

Effectuer les mesurages spectrophotométriques des solutions témoins (7.2.5.1.1 et 7.2.5.1.2) en employant le spectrophotomètre (5.1) à une longueur d'onde voisine de 545 nm, après avoir ajusté l'appareil au zéro d'absorbance par rapport à la solution témoin «0».

**7.2.5.3 Tracé de la courbe d'étalonnage ou calcul du coefficient angulaire de la droite**

Tracer l'absorbance par rapport à la masse connue de manganèse, en milligrammes dans 100 ml de la solution de référence.

Calculer le coefficient angulaire (*a*), milligrammes de manganèse dans 100 ml par l'absorbance au parcours optique de 1 cm, introduit de la pente de la courbe d'étalonnage, si elle est droite.

**8 Expression des résultats**

La teneur en manganèse (Mn) est obtenue conformément à la courbe d'étalonnage ou est donnée, en pourcentage en masse, par la formule

$$\begin{aligned} \text{Mn \% (m/m)} &= a \times \frac{D}{d} \times \frac{100}{V} \times \frac{1}{m} \times \frac{1}{10^3} \times 100 \\ &= \frac{a \times D \times 10}{d \times V \times m} \end{aligned}$$

où

*a* est le coefficient angulaire dans

$$\frac{\text{mg Mn/100 ml}}{\text{absorbance/cm}}$$

*D* est l'absorbance de la solution d'essai rectifiée par l'absorbance de la solution de compensation;

*d* est la longueur du parcours optique, en centimètres, employée pour le mesurage (7.2.4 ou 7.2.5.2);

*V* est le volume, en millilitres, de la solution d'essai utilisée pour le dosage (7.2.2);

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

**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)**

ISO 629:1982

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dc029163-2a4e-451f-939d-7900659e38e3/iso-629-1982>

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

ISO 629:1982

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dc029163-2a4e-451f-939d-7900659e38e3/iso-629-1982>