
Norme internationale



671

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

Aciers et fontes — Dosage du soufre — Méthode titrimétrique après combustion

Steel and cast iron — Determination of sulphur content — Combustion titrimetric method

Première édition — 1982-11-15

ITEH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 671:1982](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ea0067c5-f8c2-4146-b9ae-ce5fd3b2ef25/iso-671-1982>

CDU 669.13/.14 : 543.24 : 546.22

Réf. n° : ISO 671-1982 (F)

Descripteurs : acier, fonte métallique, analyse chimique, dosage, soufre, méthode combustion, méthode volumétrique.

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 671 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 17, *Acier*.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

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 671-1968, qui avait été approuvée par les comités membres des pays suivants :

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

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

France
Portugal
USA

Aciers et fontes — Dosage du soufre — Méthode titrimétrique après combustion

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode titrimétrique de dosage du soufre dans les aciers et les fontes, après combustion dans un courant d'oxygène.

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.*¹⁾

ISO 565, *Tamis de contrôle — Tissus métalliques, tôles perforées et feuilles électroformées — Dimensions nominales des ouvertures.*²⁾

3 Principe

Combustion d'une prise d'essai à une température élevée (1 450 °C) dans un courant d'oxygène pur, si nécessaire, en présence d'un fondant métallique. Transformation du soufre en dioxyde de soufre. Absorption des gaz provenant de la combustion, débarrassés des poussières d'oxydes, par une solution de sulfate de potassium et de peroxyde d'hydrogène.

Titration de la solution absorbante au moyen d'une solution étalon de borate de sodium.

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 soufre. Les résultats seront corrigés en conséquence.

4.1 Oxygène, pureté minimale 99 % (V/V), dépourvu de produits contenant du soufre.

4.2 Amiante sodé, en granules d'environ 2 mm.

4.3 Perchlorate de magnésium, $Mg(ClO_4)_2$, en granules d'environ 2 mm.

4.4 Fer pur, à basse teneur connue en soufre.

4.5 Fondants, fer, cuivre ou étain, à basse teneur connue en soufre.

4.6 Solution absorbante

Dissoudre 5 g de sulfate de potassium dans 200 ml d'eau bouillie et refroidie. Ajouter 100 ml de peroxyde d'hydrogène et diluer à 2 500 ml avec de l'eau bouillie et refroidie.

4.7 Borate de sodium, solution étalon correspondant à 0,010 % de soufre pour 1 g/ml de prise d'essai.

Peser, à 0,000 1 g près, exactement 2,383 9 g de borate de sodium, $NaB_4O_7 \cdot 10H_2O$, dissoudre dans de l'eau bouillie et refroidie, et compléter au volume de 2 000 ml avec la même eau.

1 ml de cette solution étalon correspond à 0,010 % de soufre pour 1,000 g de prise d'essai.

4.8 Indicateur coloré

Dissoudre 0,1 g de bleu de méthylène et 0,3 g de rouge de méthyle dans l'eau et diluer à 500 ml avec de l'eau.

NOTE — Les proportions des indicateurs peuvent être ajustées à la sensibilité de l'œil de l'opérateur. La coloration de l'indicateur peut être évaluée à l'aide d'un dispositif optique.

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

2) Actuellement au stade de projet. (Révision de l'ISO 565-1972.)

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire et l'appareillage qui comprend la source d'oxygène et le dispositif pour le purifier, le four avec le tube à combustion et le bloc absorbeur du dioxyde de soufre.

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

5.1 Source d'oxygène (A), munie d'une vanne de réglage sensible et d'un manomètre.

5.2 Colonne épurante et desséchante (B), contenant de l'amiante sodé (4.2) et du perchlorate de magnésium (4.3).

5.3 Débitmètre (C), permettant de mesurer un débit d'oxygène de 0,2 à 3 l/min.

5.4 Four électrique (D), permettant de maintenir le tube à combustion (E) à 1 420 °C en marche continue.

5.5 Tube à combustion (E), en matière réfractaire, capable d'assurer une marche continue à 1 450 °C, ayant une partie large de 27 mm de diamètre intérieur et 450 mm de long et une partie étroite de 3 mm de diamètre intérieur et de 250 mm de long.

NOTES

1 Le cône de raccordement du tube à combustion doit être placé dans la région centrale la plus chaude du four.

2 La jonction entre le tube à combustion (E) et le robinet de sortie (K) en contact avec le mélange gazeux très chaud sortant du four, doit être refroidie, notamment si elle est réalisée à l'aide de tubes en caoutchouc naturel ou synthétique. Le refroidissement doit être tel que la température des parois internes en contact avec le mélange gazeux ne dépasse pas 40 °C.

5.6 Robinet d'arrivée d'oxygène (F).

5.7 Dispositif d'arrivée d'oxygène (G), muni d'une lunette permettant le contrôle visuel de la combustion (voir figure 2, à titre d'exemple).

5.8 Couple thermo-électrique platine — platine rhodié (H), dont la jonction chaude est placée près de la surface extérieure du tube, à proximité de l'ensemble nacelle-cartouche. La relation entre la température interne du tube (E) et les indications du pyromètre (I), doit être établie et vérifiée périodiquement.

5.9 Nacelle en matière réfractaire (I), à large base plane, susceptible de subir deux chauffages à 1 420 °C (longueur 80 à 100 mm, hauteur 8 à 9 mm, largeur 15 à 16 mm) (voir figure 3).

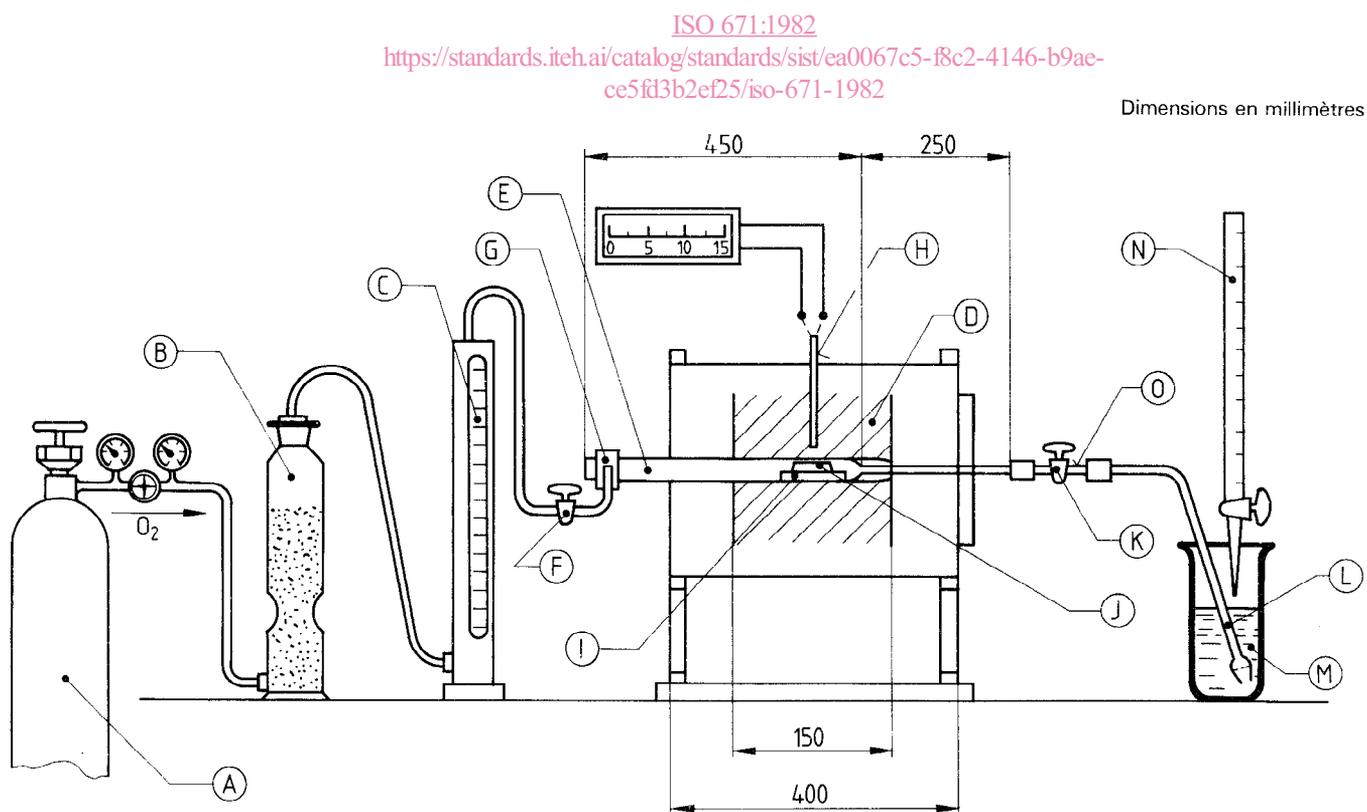
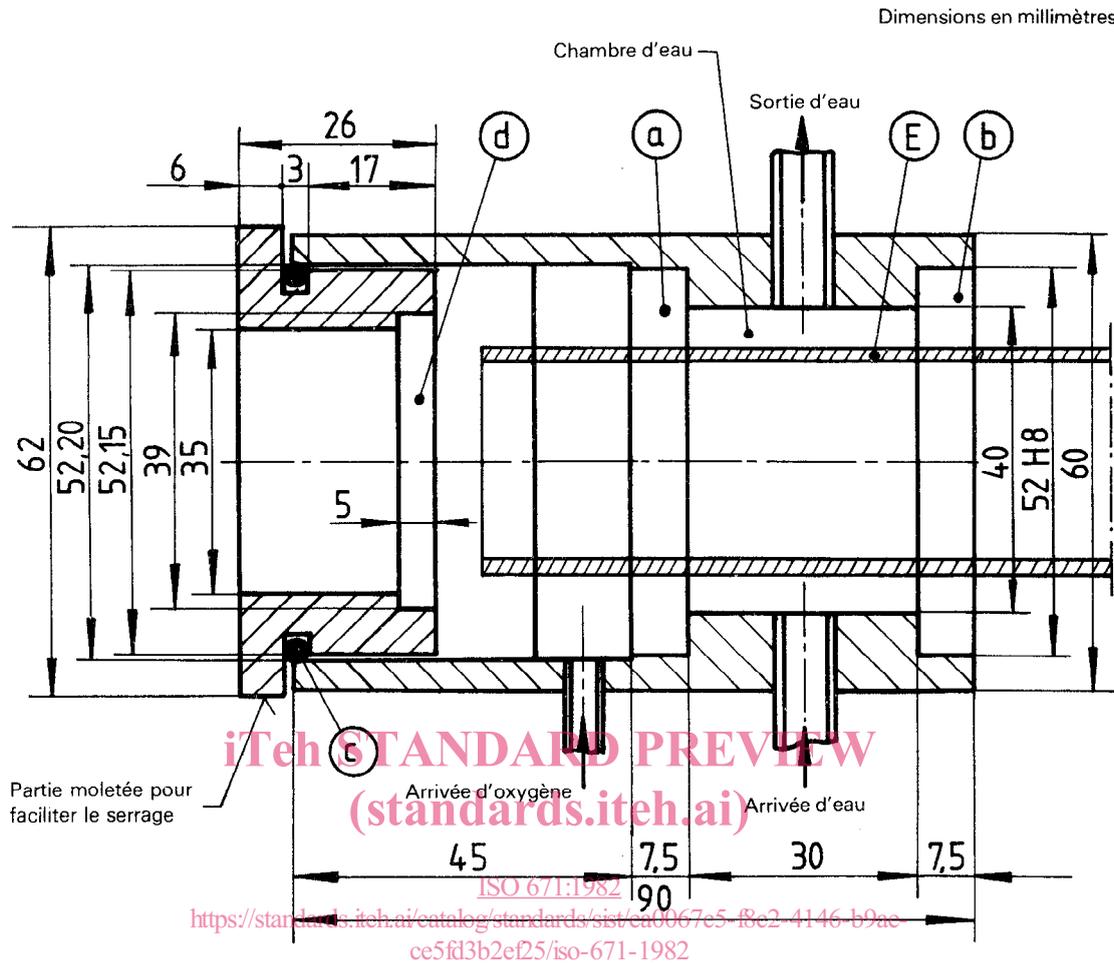


Figure 1 — Exemple d'appareillage pour le dosage du soufre (Méthode après combustion dans un courant d'oxygène)



- Ⓐ et Ⓑ = Joints d'étanchéité en caoutchouc
- Ⓒ = Joint torique
- Ⓓ = Verre teinté, monté en résine époxy
- Ⓔ = Tube de combustion

Figure 2 — Tête de tube refroidie à l'eau

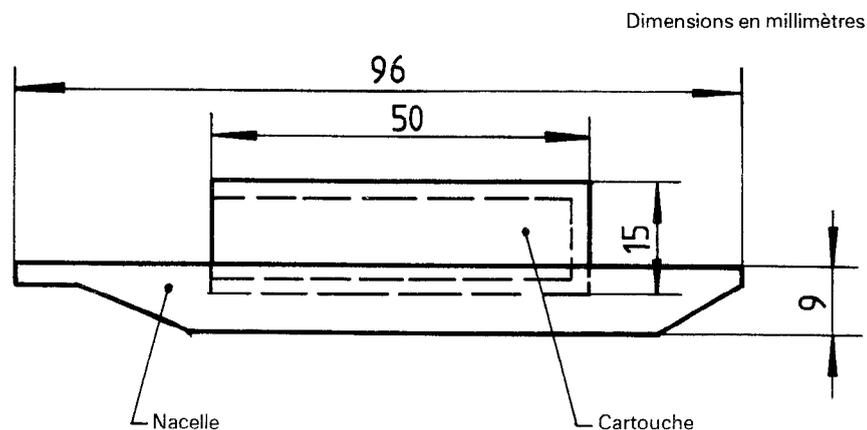


Figure 3 — Nacelle et cartouche

5.10 Cartouche-filtre réfractaire (J) (diamètre intérieur 14 mm, diamètre extérieur 16 mm, longueur 50 mm) [teneur en silice 12 à 15 % (*m/m*), le reste étant constitué par de l'alumine]. La porosité de la cartouche est définie par le débit gazeux sur toute la surface sous une pression donnée : 4 à 5 l/min de gaz sous une pression de 250 mm d'eau (voir figure 3).

Nacelles et cartouches doivent être calcinées à 1 420 °C pendant 10 min dans un courant d'oxygène et conservées dans un dessiccateur après calcination.

5.11 Robinet de sortie de gaz (K), de 2,5 mm de diamètre inférieur, destiné à empêcher que la solution absorbante ne remonte dans le tube barboteur

- quand on ouvre le four pour introduire l'ensemble nacelle cartouche-filtre,
- au cours du préchauffage qui provoque un vide partiel dans le four en raison de l'oxydation du métal.

5.12 Tube barboteur à trous (L) (voir figure 4).

5.13 Récipient d'absorption (M), ayant un diamètre minimal de 35 mm et une hauteur de 140 mm.

5.14 Burette (N), de 10 ml, graduée en 1/20 ml, contenant la solution étalon de borate de sodium (4.7).

5.15 Canalisation de sortie de gaz (O), qui doit être la plus courte possible.

6 Échantillonnage

Suivant l'ISO 377/2 ou les normes nationales appropriées relatives aux autres types d'acier et aux fontes.

7 Mode opératoire

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

7.1 Préparation d'appareillage

Dans le but de contrôler l'étanchéité de l'appareillage, la régularité de la combustion et la libération éventuelle de soufre par les matériaux réfractaires, procéder à des dosages préalables sur une masse d'acier ou de fonte de teneur en soufre connue. La vérification de l'étanchéité de l'appareillage peut cependant s'effectuer sans la présence de la nacelle et de la cartouche.

NOTE — Lors de ces essais, il sera nécessaire d'obtenir un résultat régulier, compte tenu de la dispersion inhérente à toute méthode. La différence entre la moyenne obtenue et la valeur connue de la teneur de la prise d'essai ne doit pas être significative.

7.2 Prise d'essai

La masse (*m*) de la prise d'essai sous forme de copeaux courts d'une épaisseur de quelques dixièmes de millimètre doit être de

- a) $1 \pm 0,001$ g pour des teneurs présumées en soufre inférieures à 0,10 % (*m/m*);
- b) $0,5 \pm 0,001$ g pour des teneurs présumées en soufre comprises entre 0,10 (*m/m*) et 0,20 %;
- c) pour des teneurs en soufre supérieures à 0,20 % (*m/m*), calculer la masse de la prise d'essai de façon qu'elle contienne au plus 1 000 µg de soufre. Pour se trouver dans les mêmes conditions de combustion, ajouter à la prise d'essai une quantité complémentaire jusqu'à 1 g de fer pur (4.4).

7.3 Combustion et dosage

7.3.1 Aciers et fontes non réfractaires

Porter le four électrique (D) à la température nécessaire pour obtenir une température de 1 420 °C, au minimum, à l'intérieur

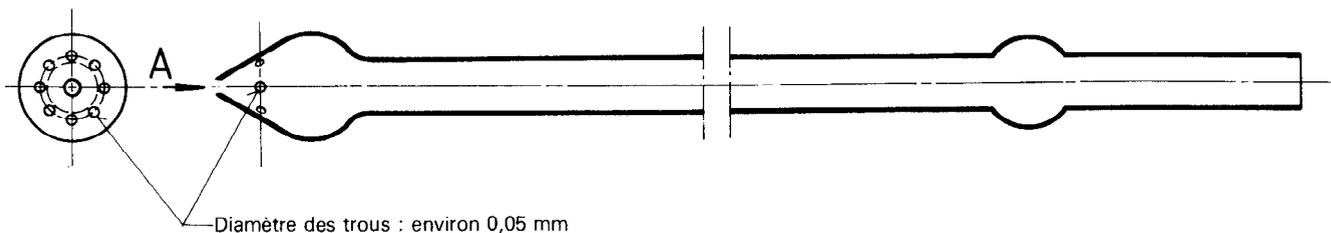


Figure 4 — Tube barboteur à trous

du tube à combustion (E). Ouvrir les robinets (F) et (K) et régler le débit d'oxygène (1,2 l/min). Verser dans le récipient d'absorption (M), de la solution absorbante (4.6), de façon que le niveau de liquide soit à 80 mm au-dessus des trous du tube barboteur (L) (voir note 1) et ajouter 4 ou 5 gouttes d'indicateur coloré (4.8). Neutraliser au moyen d'une solution étalon de borate de sodium (4.7) jusqu'au virage de l'indicateur (coloration gris-vert). Relever l'indication V_1 en millilitres fournie par la burette.

Interrompre le courant d'oxygène en fermant les robinets (F) et (K). Ouvrir le dispositif d'arrivée d'oxygène (G) et introduire l'ensemble nacelle-cartouche-filtre, contenant la prise d'essai à fond dans la grosse section du tube à combustion (E). Refermer le dispositif (G), et établir le débit d'oxygène à 1,2 l/min en ouvrant successivement, mais immédiatement l'un après l'autre, le robinet d'arrivée (F) et le robinet de sortie (K).

Laisser brûler la prise d'essai pendant une durée de 3 min, puis pendant quatre autres minutes au cours desquelles la solution absorbante sera titrée au moyen de la solution étalon de borate de sodium (4.7) jusqu'à la couleur gris-vert permanente de l'indicateur (voir note 2). Relever l'indication V_2 en millilitres fournie par la burette (voir note 3).

NOTES

- 1 La hauteur de liquide de 80 mm est valable pour le débit d'oxygène de 1,2 l/min fixé dans le mode opératoire.
- 2 3 min est la période minimale nécessaire pour faire transférer le dioxyde de carbone du système avant de commencer l'analyse volumétrique.
- 3 Le titrage final peut être effectué aussi par voie instrumentale (par exemple, titrage potentiométrique).

7.3.2 Aciers et fontes réfractaires

La combustion de ces aciers et fontes étant difficile à amorcer, il est nécessaire d'ajouter une quantité de fondant (4.5). Noter que les dimensions de l'ensemble nacelle-cartouche-filtre sont prévues pour brûler au maximum une masse de 1,2 g de métal.

8 Expression des résultats

8.1 Formule de calcul

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

$$0,000\ 10 \times \frac{(V_2 - V_1)}{m} \times 100$$

$$= 0,010 \times \frac{(V_2 - V_1)}{m}$$

où

$(V_2 - V_1)$ est le volume, exprimé en millilitres, de la solution de borate de sodium (4.7) employée pour le titrage;

m est la masse, exprimée en grammes, de la prise d'essai;

0,000 10 est l'équivalent en grammes de soufre de la solution de borate de sodium (4.7).

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.

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 671:1982

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ea0067c5-f8c2-4146-b9ae-ce5fd3b2ef25/iso-671-1982>