

---

---

**Acier et fonte — Détermination des  
teneurs en vanadium — Méthode par  
titrage potentiométrique**

*Steel and cast iron — Determination of vanadium content —  
Potentiometric titration method*

iTeh Standards  
(<https://standards.iteh.ai>)  
Document Preview

[ISO 4947:2020](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/885cfa8f-f0e7-41ec-a646-1ab10c748609/iso-4947-2020)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/885cfa8f-f0e7-41ec-a646-1ab10c748609/iso-4947-2020>



iTeh Standards  
(<https://standards.iteh.ai>)  
Document Preview

[ISO 4947:2020](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/885cfa8f-f0e7-41ec-a646-1ab10c748609/iso-4947-2020)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/885cfa8f-f0e7-41ec-a646-1ab10c748609/iso-4947-2020>



**DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT**

© ISO 2020

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, 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, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office

Case postale 401 • Ch. de Blandonnet 8

CH-1214 Vernier, Genève

Tél.: +41 22 749 01 11

E-mail: [copyright@iso.org](mailto:copyright@iso.org)

Web: [www.iso.org](http://www.iso.org)

Publié en Suisse

## Sommaire

Page

<b>Avant-propos</b> .....	<b>iv</b>
<b>1</b> <b>Domaine d'application</b> .....	<b>1</b>
<b>2</b> <b>Références normatives</b> .....	<b>1</b>
<b>3</b> <b>Termes et définitions</b> .....	<b>1</b>
<b>4</b> <b>Principe</b> .....	<b>1</b>
<b>5</b> <b>Réactifs</b> .....	<b>2</b>
<b>6</b> <b>Appareillage</b> .....	<b>3</b>
<b>7</b> <b>Prélèvement</b> .....	<b>3</b>
<b>8</b> <b>Mode opératoire</b> .....	<b>3</b>
8.1    Prise d'essai.....	3
8.2    Essai à blanc.....	4
8.3    Détermination.....	4
8.3.1    Préparation de la solution pour essai.....	4
8.3.2    Oxydation du chrome et du vanadium.....	4
8.3.3    Préparation de la solution pour le titrage.....	5
8.3.4    Oxydation du vanadium.....	5
8.4    Titration.....	5
<b>9</b> <b>Expression des résultats</b> .....	<b>6</b>
9.1    Méthode de calcul.....	6
9.2    Fidélité.....	6
<b>10</b> <b>Rapport d'essai</b> .....	<b>6</b>
<b>Annexe A (informative) Informations supplémentaires sur l'essai interlaboratoires international</b>	<b>8</b>
<b>Annexe B (informative) Représentation graphique des données de fidélité</b> .....	<b>9</b>
<b>Bibliographie</b> .....	<b>10</b>

ISO 4947:2020  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/885cfa8f-f0e7-41ec-a646-1ab10c748609/iso-4947-2020>

## 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 (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier, de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir [www.iso.org/directives](http://www.iso.org/directives)).

L'attention est attirée 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. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir [www.iso.org/brevets](http://www.iso.org/brevets)).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la nature volontaire des normes, la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir [www.iso.org/avant-propos](http://www.iso.org/avant-propos).

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 17, *Acier*, sous-comité SC 1, *Méthodes de détermination de la composition chimique*. <https://standards.iso.org/885cfa8f-f0e7-41ec-a646-1ab10c748609/iso-4947-2020>

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 4947:1986) qui a fait l'objet d'une révision technique. Les principales modifications par rapport à l'édition précédente sont les suivantes:

- ajout d'une option pour l'électrode;
- réévaluation des données de fidélité.

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse [www.iso.org/fr/members.html](http://www.iso.org/fr/members.html).

# Acier et fonte — Détermination des teneurs en vanadium — Méthode par titrage potentiométrique

## 1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode de détermination du vanadium par titrage potentiométrique dans l'acier et la fonte.

La méthode est applicable aux teneurs en vanadium comprises entre 0,04 % (en masse) et 2 % (en masse).

## 2 Références normatives

Les documents suivants sont cités dans le texte de sorte qu'ils constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences 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, *Verrerie de laboratoire — Burettes*

ISO 648, *Verrerie de laboratoire — Pipettes à un volume*

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

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

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

## 3 Termes et définitions

Aucun terme n'est défini dans le présent document.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>

## 4 Principe

Mise en solution d'une prise d'essai par des acides appropriés. Ajout d'acide fluorhydrique pour maintenir le tungstène en solution.

Oxydation du chrome et du vanadium par du peroxydisulfate de potassium. Oxydation partielle du chrome.

Tout en contrôlant le potentiel de la solution:

- réduction du chrome(VI) et du vanadium(V) par du sulfate de fer(II) et d'ammonium;
- oxydation du vanadium par un léger excès de permanganate de potassium; réduction de l'excès de permanganate par du nitrite de sodium et réduction de l'excès de nitrite de sodium par l'acide sulfamique.

Titration potentiométrique du vanadium par une solution étalon de sulfate de fer(II) et d'ammonium.

## 5 Réactifs

Au cours de l'analyse, sauf indication contraire, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et seulement de l'eau de qualité 2 conformément à l'ISO 3696, exempte d'activité oxydante ou réductrice.

5.1 Peroxydisulfate de potassium ( $K_2S_2O_8$ ).

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

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

5.4 Acide fluorhydrique,  $\rho$  environ 1,15 g/ml.

5.5 Acide sulfurique,  $\rho$  environ 1,84 g/ml, dilué 1 + 4.

5.6 Acide sulfurique,  $\rho$  environ 1,84 g/ml, dilué 1 + 50.

5.7 Acide orthophosphorique,  $\rho$  environ 1,70 g/ml.

5.8 Sulfate de fer (II) et d'ammonium [ $Fe(NH_4)_2(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$ ], solution en milieu sulfurique.

Dissoudre 40 g de sulfate de fer (II) et d'ammonium hexahydraté dans environ 500 ml d'eau, ajouter 20 ml d'acide sulfurique,  $\rho$  environ 1,84 g/ml, laisser refroidir, compléter le volume à 1 000 ml avec de l'eau et homogénéiser.

5.9 Permanganate de potassium, 5 g/l.

5.10 Nitrite de sodium, 3 g/l.

5.11 Acide sulfamique ( $NH_2SO_3H$ ), 100 g/l.

Cette solution n'est stable que pendant une semaine.

5.12 Dichromate de potassium, solution étalon.

Peser, à 0,001 g près, environ 1 g de dichromate de potassium (qualité de haute pureté) préalablement séché à 150 °C jusqu'à masse constante (la différence de masse ne dépasse pas 0,3 mg), après refroidissement dans un dessiccateur. Introduire la masse pesée dans un bécher de 250 ml, la dissoudre dans 20 ml d'eau et ajouter 160 ml d'acide sulfurique (5.5). Transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 1 000 ml, laisser refroidir, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

5.13 Sulfate de fer (II) et d'ammonium [ $Fe(NH_4)_2(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$ ], solution étalon.

1 ml de cette solution correspond à environ 1,299 mg de vanadium.

### 5.13.1 Préparation de la solution

Dissoudre 10 g de sulfate de fer(II) et d'ammonium hexahydraté dans environ 500 ml d'eau, ajouter 25 ml d'acide sulfurique,  $\rho$  environ 1,84 g/ml, transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 1 000 ml, laisser refroidir, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.