
**Aciers et fontes — Détermination
des teneurs en silicium — Méthode
gravimétrique**

*Steel and cast iron — Determination of silicon content —
Gravimetric method*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 439:2020](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/392cad26-89b7-4724-ab7f-ca62e8de1664/iso-439-2020)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/392cad26-89b7-4724-ab7f-
ca62e8de1664/iso-439-2020](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/392cad26-89b7-4724-ab7f-ca62e8de1664/iso-439-2020)



iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 439:2020

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/392cad26-89b7-4724-ab7f-ca62e8de1664/iso-439-2020>



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
Fax: +41 22 749 09 47
E-mail: copyright@iso.org
Web: www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principe	1
5 Réactifs	1
6 Appareillage	2
7 Prélèvement	2
8 Mode opératoire	2
8.1 Prise d'essai.....	2
8.2 Essai à blanc.....	3
8.3 Détermination.....	3
8.3.1 Mise en solution acide de la prise d'essai et formation du dioxyde de silicium hydraté.....	3
8.3.2 Filtration et rinçage.....	3
8.3.3 Récupération des composés de silicium dans le filtrat.....	4
8.3.4 Calcination, volatilisation du dioxyde de silicium et pesée.....	4
9 Expression des résultats	4
9.1 Méthode de calcul.....	4
9.2 Fidélité.....	5
10 Rapport d'essai	5
Annexe A (informative) Informations supplémentaires sur l'essai interlaboratoires international	7
Annexe B (informative) Représentation graphique des données de fidélité	10
Bibliographie	11

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).

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).

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.

(standards.iteh.ai)

Pour une explication de la nature volontaire des normes, de 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 le lien suivant: www.iso.org/iso/fr/avant-propos.html.

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*.

Cette troisième édition annule et remplace la seconde édition (ISO 439:1994) qui a fait l'objet d'une révision technique. Par rapport à l'édition précédente, le changement significatif est le suivant:

— réévaluation complète 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.

Aciers et fontes — Détermination des teneurs en silicium — Méthode gravimétrique

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode de détermination gravimétrique des teneurs en silicium dans les aciers et les fontes.

La méthode s'applique aux teneurs en silicium comprises entre 0,10 % (en masse) et 5,0 % (en masse).

NOTE Pour les échantillons contenant du molybdène, du niobium, du tantale, du titane, du tungstène, du zirconium ou de fortes teneurs en chrome, les résultats sont moins exacts que pour les matrices non alliées.

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 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*

ISO 439:2020

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/392cad26-89b7-4724-ab7f-ca62e8de1664/iso-439-2020>

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 les acides chlorhydrique et nitrique.

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

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

5 Réactifs

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

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

5.2 Acide chlorhydrique, dilué 1 + 1.

Ajouter 500 ml d'acide chlorhydrique (5.1) à 500 ml d'eau et homogénéiser.

5.3 Acide chlorhydrique, dilué 1 + 19.

Ajouter 10 ml d'acide chlorhydrique (5.1) à 190 ml d'eau et homogénéiser.

5.4 Acide nitrique, dilué 3 + 1.

Ajouter 150 ml d'acide nitrique, ρ environ 1,40 g/ml, à 50 ml d'eau et homogénéiser.

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

5.6 Acide perchlorique, ρ environ 1,67 g/ml.

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

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

5.7 Acide sulfurique, dilué 1 + 1.

Ajouter précautionneusement 50 ml d'acide sulfurique, ρ environ 1,84 g/ml, à 50 ml d'eau, laisser refroidir et homogénéiser.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

6 Appareillage

Outre du matériel courant de laboratoire, utiliser ce qui suit:
ISO 439:2020
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/392cad26-89b7-4724-ab7f-ca62e8de1664/iso-439-2020

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

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

6.3 Papier-filtre, texture moyenne, à faible teneur connue en cendres.

7 Prélèvement

Effectuer le prélèvement conformément à l'ISO 14284 ou aux normes nationales appropriées pour les aciers et les fontes.

8 Mode opératoire

8.1 Prise d'essai

Utiliser des fraises ou perçures de 0,2 mm d'épaisseur maximale.

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

- a) pour des teneurs en silicium comprises entre 0,10 % (en masse) et 0,50 % (en masse): m_0 environ 5 g;
- b) pour des teneurs en silicium comprises entre 0,50 % (en masse) et 2,5 % (en masse): m_0 environ 2,5 g;
- c) pour des teneurs en silicium comprises entre 2,5 % (en masse) et 5,0 % (en masse): m_0 environ 1 g.

8.2 Essai à blanc

Parallèlement à la détermination et en suivant le même mode opératoire, effectuer un essai à blanc en utilisant les mêmes quantités de tous les réactifs que celles utilisées pour la détermination.

8.3 Détermination

8.3.1 Mise en solution acide de la prise d'essai et formation du dioxyde de silicium hydraté

Introduire la prise d'essai (8.1) dans un bécher de capacité appropriée.

Ajouter 30 ml d'acide chlorhydrique (5.1), couvrir le bécher d'un verre de montre et chauffer modérément jusqu'à ce que la réaction cesse. Oxyder précautionneusement par addition de 15 ml d'acide nitrique (5.4). À la fin de la réaction vive qui se produit, rincer le verre de montre avec un peu d'eau chaude et recueillir les fractions de rinçage dans le bécher. Ajouter le volume d'acide perchlorique (5.6) indiqué dans le [Tableau 1](#).

Tableau 1 — Volume de l'acide perchlorique (5.6)

Masse de la prise d'essai (8.1) g	Volume de l'acide perchlorique (5.6) ml	
	$\rho = 1,67 \text{ g/ml}$	$\rho = 1,54 \text{ g/ml}$
5	60	75
2,5	40	50
1	25	35

AVERTISSEMENT — L'acide perchlorique (5.6) doit être ajouté avec précaution et par petites portions, notamment lorsque la prise d'essai est de 5 g, afin d'éviter le bouillonnement de la solution dû à une réaction très 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 pendant 20 min environ.

Si la teneur en chrome de l'alliage est supérieure à 1 %, il est recommandé d'attendre l'apparition de la couleur rouge caractéristique de l'acide chromique. A ce stade, le chrome peut être éliminé sous la forme de chlorure de chromyle: verser lentement le long des parois du bécher de 1 ml à 2 ml d'acide chlorhydrique (5.1). Continuer de chauffer jusqu'à l'apparition d'épaisses fumées d'acide perchlorique et la réoxydation du chrome. Répéter autant de fois que nécessaire jusqu'à ce que les fumées d'acide perchlorique perdent leur couleur orange après une nouvelle addition d'acide chlorhydrique.

Laisser refroidir, reprendre précautionneusement par 5 ml d'acide chlorhydrique (5.1), chauffer modérément, diluer avec 100 ml d'eau portée entre 70 °C et 80 °C et chauffer de nouveau jusqu'à dissolution des sels (en évitant de porter la solution à ébullition).

8.3.2 Filtration et rinçage

À l'aide d'une baguette de verre à bout de caoutchouc, détacher le dioxyde de silicium hydraté ou les composés de silicium insolubles dans l'acide adhérant au bécher et filtrer aussitôt sur du papier-filtre (6.3), garni d'un peu de pulpe de papier-filtre de la même qualité.

Rincer le bécher et le filtre avec de l'acide chlorhydrique chaud (5.3) en transférant sur le filtre le dioxyde de silicium hydraté et les composés de silicium insolubles dans l'acide, puis poursuivre le rinçage, d'abord avec de l'acide chlorhydrique chaud (5.2) et ensuite avec de l'eau froide, jusqu'à élimination complète des sels de fer.

NOTE Le filtre est parfaitement rincé afin d'éviter les déflagrations et les pertes de résidu, dues à l'acide perchlorique lors de la calcination.

8.3.3 Récupération des composés de silicium dans le filtrat

Transvaser le filtrat et les fractions de rinçage dans le bécher précédemment employé pour la mise en solution, les évaporer par chauffage jusqu'au dégagement d'abondantes fumées blanches d'acide perchlorique et maintenir le reflux stable d'acide sur les parois du bécher pendant 20 min environ. Reprendre avec de l'eau et diluer selon le mode opératoire décrit en 8.3.1, filtrer ensuite sur un deuxième papier-filtre (6.3) et rincer selon le mode opératoire décrit en 8.3.2.

8.3.4 Calcination, volatilisation du dioxyde de silicium et pesée

Introduire les deux filtres et leurs contenus dans un creuset en platine (6.1). Chauffer à une température comprise entre 500 °C et 600 °C jusqu'à incinération complète des filtres puis couvrir partiellement le creuset avec un couvercle en platine et calciner dans le four à moufle (6.2) à 1 100 °C pendant 30 min à 45 min, selon la quantité de dioxyde de silicium et, pour les échantillons contenant du molybdène, jusqu'à masse constante.

Laisser refroidir, ajouter dans le creuset environ 2 ml d'acide sulfurique (5.7), chauffer précautionneusement et poursuivre le chauffage jusqu'à élimination complète des fumées sulfuriques. Calciner ensuite dans le 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).

Reprendre le dioxyde de silicium calciné par quelques gouttes d'acide sulfurique (5.7), ajouter environ 5 ml d'acide fluorhydrique (5.5), évaporer à siccité et poursuivre le chauffage jusqu'à élimination complète des fumées sulfuriques.

NOTE En présence de molybdène, de niobium, de tantale, de titane, de tungstène ou de zirconium, ajouter 2 ml d'acide sulfurique (5.7), afin d'éviter toute volatilisation partielle des fluorures de ces éléments.

Parfaire la calcination dans le 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).

9 Expression des résultats

9.1 Méthode de calcul

La teneur en silicium, w_{Si} , exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la Formule (1):

$$w_{Si} = 0,4674 \times \frac{(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)}{m_0} \times 100 \tag{1}$$

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

où

- m_0 est la masse de la prise d'essai, exprimée en grammes;
- m_1 est la masse du creuset et du dioxyde de silicium impur, exprimée en grammes;
- m_2 est la masse du creuset et du résidu, après volatilisation du dioxyde de silicium, exprimée en grammes;

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

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

0,467 4 est le facteur de conversion Si/SiO₂.

9.2 Fidélité

Un essai planifié de cette méthode a été effectué par 26 laboratoires, à neuf niveaux de teneur en silicium, chaque laboratoire ayant effectué trois déterminations de la teneur en silicium à chaque niveau.

Les échantillons pour essai utilisés sont listés dans le [Tableau A.1](#) et les données expérimentales de fidélité obtenues sont présentées dans le [Tableau A.2](#).

Les résultats obtenus ont été traités statiquement conformément à l'ISO 5725-2:1994 et à l'ISO 5725-3:1994.

La représentation graphique des données expérimentales de fidélité est présentée à la [Figure B.1](#).

Les données de fidélité lissées, exprimées en pourcentage (en masse), présentées dans le [Tableau 2](#) ont été calculées à partir des relations entre les teneurs moyennes en silicium et les données expérimentales de répétabilité et de reproductibilité (voir [Annexe A](#) et [Annexe B](#)).

NOTE 1 Deux des trois déterminations ont été effectuées selon les conditions de répétabilité définies dans l'ISO 5725-1, c'est-à-dire, un opérateur, même appareillage, conditions opératoires identiques et dans une période de temps minimale.

NOTE 2 La troisième détermination a été effectuée à un moment différent (un jour différent) par le même opérateur qu'en Note 1, en utilisant le même appareillage.

NOTE 3 Lors de la révision du présent document, les données de fidélité ont été réévaluées: ce nouveau traitement statistique a entraîné la suppression de l'ensemble des données d'un laboratoire.

Tableau 2 — Données de fidélité (valeurs lissées)

Teneur en silicium % (en masse)	Limite de répétabilité % (en masse) r	Limite de reproductibilité % (en masse)	
		R_w	R
0,1	0,009	0,010	0,013
0,2	0,013	0,014	0,018
0,5	0,020	0,022	0,028
1,0	0,028	0,031	0,039
2,0	0,039	0,045	0,054
5,0	0,061	0,072	0,083

10 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit comporter les informations suivantes:

- toutes les informations nécessaires à l'identification de l'échantillon, du laboratoire et la date de l'analyse ou du rapport d'essai;
- la méthode utilisée, par référence au présent document, c'est-à-dire l'ISO 439:2020;
- les résultats et l'unité dans laquelle ils sont exprimés;
- tous les détails particuliers relevés au cours de la détermination;