
NORME INTERNATIONALE **ISO** 2732



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

Aciers et fontes — Dosage du phosphore — Méthode spectrophotométrique

Première édition — 1973-12-15

17

CDU 669.13/.14 : 546.18 : 545.82

Réf. N° : ISO 2732-1973 (F)

Descripteurs : acier, fonte métallique, analyse chimique, dosage, phosphore, spectrophotométrie.

Prix basé sur 3 pages

AVANT-PROPOS

ISO (Organisation Internationale de Normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (Comités Membres ISO). L'élaboration de Normes Internationales est confiée aux Comités Techniques 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 2732 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 17, *Acier*, et soumise aux Comités Membres en avril 1972.

Elle a été approuvée par les Comités Membres des pays suivants :

Allemagne	Hongrie	Roumanie
Australie	Inde	Royaume-Uni
Belgique	Irlande	Suisse
Canada	Italie	Tchécoslovaquie
Chili	Japon	Thaïlande
Danemark	Norvège	Turquie
Egypte, Rép. arabe d'	Nouvelle-Zélande	U.R.S.S.
Espagne	Pologne	U.S.A.
Finlande	Portugal	

Les Comités Membres des pays suivants ont désapprouvé le document pour des raisons techniques :

Pays-Bas
Suède

Aciers et fontes – Dosage du phosphore – Méthode spectrophotométrique

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

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

La méthode est applicable à des teneurs en phosphore comprises entre 0,005 et 1,5 %, à condition que les teneurs en tungstène, tantale, niobium et titane ne dépassent pas 1 % pour chacun de ces quatre éléments.

2 RÉFÉRENCE

ISO/R 377, *Prélèvement et préparation des échantillons et des éprouvettes pour l'acier corroyé.*

3 PRINCIPE

Dissolution d'une prise d'essai dans un mélange acide oxydant; transformation du phosphore en phosphovanadomolybdate dans une solution d'acides nitrique et perchlorique. Extraction du phosphovanadomolybdate dans de l'isobutyl-méthyl-cétone, en présence d'acide citrique (pour complexer l'arsenic). Mesurage par spectrophotométrie, à une longueur d'onde d'environ de 425 nm.

4 RÉACTIFS

De l'eau déminéralisée doit être utilisée pour l'essai.

Vérifier par des essais à blanc que les réactifs ne contiennent pas de phosphore. Les résultats doivent être corrigés, si nécessaire. Les qualités donnant des valeurs élevées du blanc ne sont pas acceptables et doivent être éliminées.

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

4.2 Fer, de haute pureté, ayant une teneur en phosphore égale ou inférieure à 0,001 %.

4.3 Isobutyl-méthyl-cétone (méthyl-4 pentanone 2).

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

4.5 Acide perchlorique, ρ 1,54 g/ml, avec une teneur en phosphore basse et connue.

NOTE – On peut également utiliser l'acide perchlorique à 70 % (ρ 1,67 g/ml environ) : 1 000 ml d'acide perchlorique (ρ 1,67 g/ml) équivalent à 1 270 ml d'acide perchlorique (ρ 1,54 g/ml).

4.6 Molybdate d'ammonium, solution à 150 g/l.

Dissoudre dans de l'eau 15 g de molybdate d'ammonium $[(NH_4)_6Mo_7O_{24} \cdot 4H_2O]$ (qualité pur pour analyse), diluer à 100 ml et homogénéiser.

4.7 Vanadate d'ammonium, solution à 2,5 g/l.

Dissoudre 2,5 g de métavanadate d'ammonium (NH_4VO_3) dans de l'eau; diluer à 1 l et homogénéiser.

4.8 Acide citrique, solution à 500 g/l.

Dissoudre 500 g d'acide citrique ($H_8C_6O_7 \cdot H_2O$) dans de l'eau, diluer à 1 l et homogénéiser.

4.9 Acide nitrique (20 % V/V).

Diluer 200 ml d'acide nitrique (ρ 1,40 g/ml environ) à 1 l et homogénéiser.

4.10 Permanganate de potassium, solution à 10 g/l.

Dissoudre 1 g de permanganate de potassium dans de l'eau, diluer à 100 ml et homogénéiser.

4.11 Nitrite de sodium, solution à 50 g/l.

Dissoudre 5 g de nitrite de sodium dans de l'eau, diluer à 100 ml et homogénéiser.

4.12 Phosphore, solution étalon.

Dissoudre 0,439 3 g d'orthophosphate biacide de potassium (KH_2PO_4) (qualité pur pour analyse), préalablement séché jusqu'à masse constante à 105 °C, dans de l'eau. Refroidir, transférer dans une fiole jaugée de 1 l, compléter au volume et homogénéiser. Transférer 100 ml de cette solution dans une autre fiole jaugée de 1 l, compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution contient 0,01 mg de phosphore.

5 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Spectrophotomètre.

6 ÉCHANTILLONNAGE

Effectuer l'échantillonnage conformément aux spécifications de l'ISO/R 377, ou des normes nationales appropriées relatives aux fontes.

7 MODE OPÉRATOIRE

7.1 Prise d'essai

0,5 ± 0,001 g.

7.2 Essai à blanc

Effectuer parallèlement à l'analyse, en suivant le même mode opératoire, un essai à blanc avec les mêmes quantités de tous les réactifs.

7.3 Tracé de la courbe d'étalonnage

Dans une série de neuf fioles coniques de 125 ml, introduire successivement 0,5 g de fer de haute pureté (4.2), et ensuite, respectivement, les volumes de la solution étalon de phosphore (4.12) indiqués dans le tableau suivant :

Volume de la solution étalon de phosphore (4.12)	Masse correspondante de phosphore
ml	mg
0	0
5,0	0,05
10,0	0,1
15,0	0,15
20,0	0,2
25,0	0,25
30,0	0,3
35,0	0,35
40,0	0,4

Ajouter un mélange de 5 ml d'acide nitrique (4.4) et 5 ml d'acide chlorhydrique (4.1), couvrir le bécher et chauffer jusqu'à cessation de réaction. Ajouter 10 ml d'acide perchlorique (4.5) (voir Note 9.1), et faire évaporer jusqu'à dégagement de fumées.

Continuer le chauffage à fumées pendant 5 à 10 min, à une température suffisante pour obtenir une condensation continue d'acide sur les parois du bécher.

Refroidir, ajouter 25 ml d'acide nitrique (4.9) et quelques fragments de verre; faire bouillir pendant 1 à 2 min. Ajouter 5 ml de solution de permanganate de potassium (4.10),

faire bouillir pendant 2 min, ajouter 10 ml de solution de nitrite de sodium (4.11) et faire bouillir jusqu'à disparition des vapeurs nitreuses. Continuer comme indiqué en 7.5.

Effectuer le mesurage spectrophotométrique de chaque solution de la gamme par référence au terme O exempt de phosphore.

Tracer la courbe d'étalonnage, ou bien calculer le coefficient angulaire, s'il s'agit d'une ligne droite.

7.4 Préparation de la solution échantillon

Introduire la prise d'essai (7.1) dans une fiole conique de 125 ml. Ajouter un mélange de 5 ml d'acide nitrique (4.4) et 5 ml d'acide chlorhydrique (4.1), couvrir le bécher et chauffer jusqu'à cessation de réaction (voir Notes 9.3 et 9.4). Ajouter 10 ml d'acide perchlorique (4.5) (voir 9.1) et faire évaporer jusqu'à dégagement de fumées. Continuer le chauffage à fumées pendant 5 à 10 min, à une température suffisante pour obtenir une condensation continue d'acide sur les parois du bécher (voir Note 9.5).

Refroidir, ajouter 25 ml d'acide nitrique (4.9) et quelques fragments de verre, puis faire bouillir pendant 1 à 2 min.

Ajouter 5 ml de solution de permanganate de potassium (4.10), faire bouillir pendant 2 min, ajouter 10 ml de solution de nitrite de sodium (4.11) et faire bouillir jusqu'à disparition des vapeurs nitreuses.

7.5 Dosage

Refroidir à 20 °C environ, ajouter 10 ml de solution de vanadate d'ammonium (4.7) (voir Note 9.2) et 15 ml de solution de molybdate d'ammonium (4.6); laisser reposer pendant au moins 7 min (voir Note 9.6).

Transférer la solution dans une ampoule à décanter sphérique de 250 ml, jaugée à 100 ml, compléter à ce volume avec de l'eau et homogénéiser. Ajouter 10 ml de solution d'acide citrique (4.8), homogénéiser, ajouter immédiatement 40 ml d'isobutylméthylcétone (4.3) et agiter l'ampoule pendant 30 s. Laisser se séparer les deux couches et rejeter la couche inférieure (aqueuse).

Essuyer l'intérieur du col de l'ampoule à l'aide d'un peu de papier filtre. Filtrer la couche d'hexone à l'aide d'un filtre sec dans un petit bécher bien sec.

Effectuer les mesurages spectrophotométriques à 20 ± 1 °C en cuve de 2 cm, à une longueur d'onde d'environ 425 nm, de telle façon que l'absorbance soit inférieure à 1.

8 EXPRESSION DES RÉSULTATS

8.1 Conversion des mesures spectrophotométriques

Corriger les mesures spectrophotométriques pour le blanc des réactifs déterminé comme indiqué en 7.2 et convertir en pourcentage de phosphore, en se référant à la courbe d'étalonnage appropriée.

8.2 Précision du dosage

Les limites de la précision de cette méthode seront données ultérieurement.

9 NOTES SUR LE MODE OPÉRATOIRE

9.1 Les vapeurs d'acide perchlorique attaquent le bois des hottes. Il est nécessaire de laver périodiquement les parties exposées. On ne doit pas travailler avec l'acide perchlorique sur des tables en bois. Les vapeurs peuvent, en présence d'ammoniaque ou de vapeurs nitreuses, provoquer des explosions.

9.2 Il est recommandé d'effectuer toutes les additions de réactifs à l'aide d'une pipette ou d'une burette.

9.3 Pour les échantillons fortement alliés, qui ne se dissolvent pas facilement dans le mélange acide, on peut ajouter par portions de 5 ml de l'acide chlorhydrique (4.1) jusqu'à 20 ml au maximum.

9.4 Si la teneur en phosphore est supérieure à 0,08 %, diluer, filtrer (si nécessaire) pour éliminer le graphite, refroidir et diluer à 200 ml dans une fiole jaugée. Prélever une quantité convenable, ne contenant pas plus de 0,4 mg de phosphore.

9.5 Pour les échantillons contenant plus de 25 % de chrome, il faut éliminer le chrome par volatilisation, de la manière suivante :

Ajouter 5 ml d'acide chlorhydrique (4.1) à la solution, lorsqu'il y a dégagement de fumées (le chrome étant complètement oxydé); continuer le chauffage à fumées blanches jusqu'à ce que le chrome restant soit complètement oxydé à son tour. Répéter l'addition d'acide chlorhydrique, suivi d'un autre chauffage à fumées, pour obtenir l'oxydation du chrome résiduel.

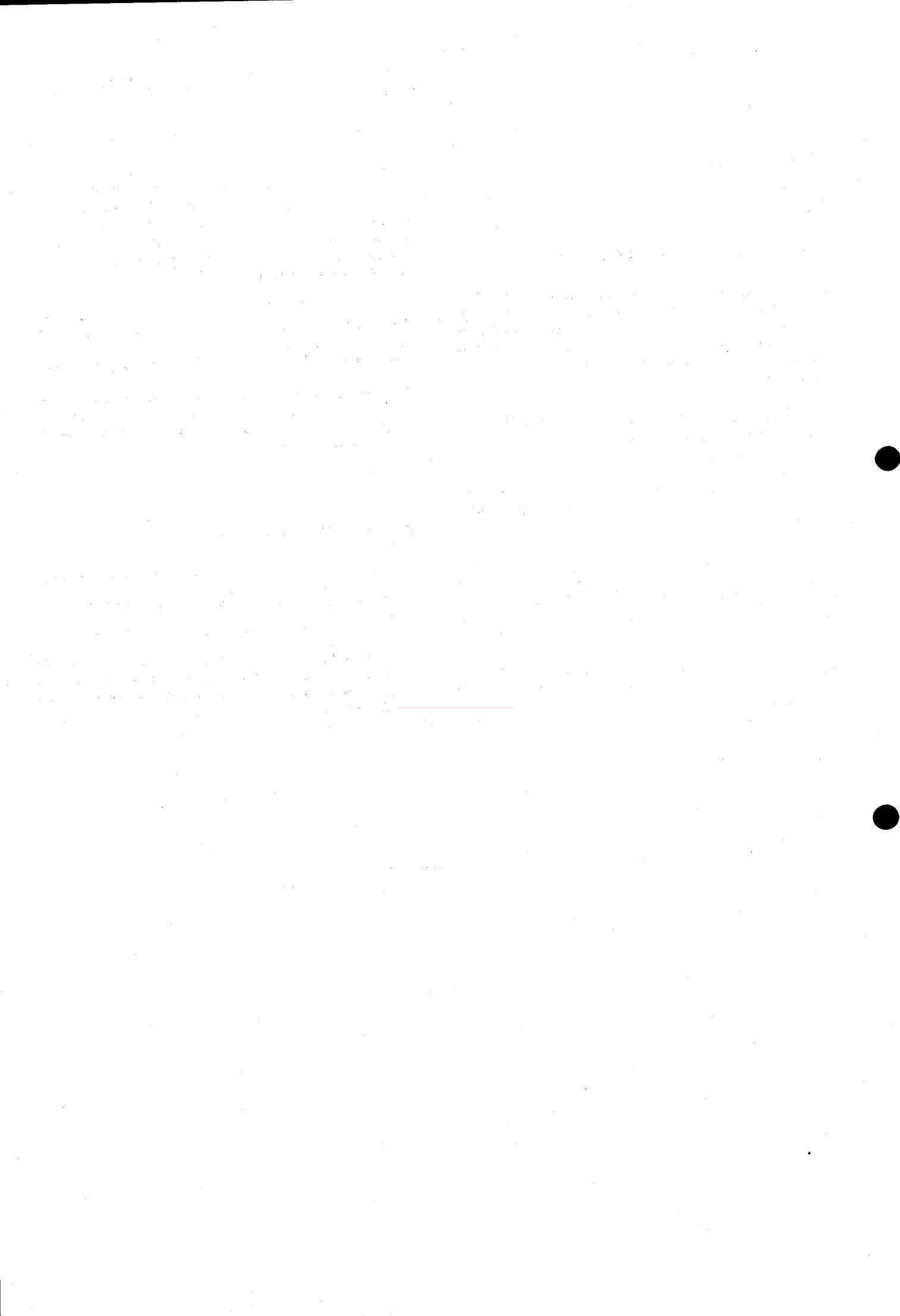
9.6 À une température de 20 °C, le développement de la teinte est complet après un repos d'au moins 7 min, mais il peut être retardé par la présence de titane ou de zirconium.

Pour les échantillons qui contiennent jusqu'à 1 % de titanium et 0,5 % de zirconium, on peut obtenir le développement complet de la teinte en laissant reposer la solution pendant 1 h.

10 RAPPORT D'ESSAI

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes :

- a) la référence de la présente Norme Internationale;
- b) les résultats, ainsi que leur mode d'expression;
- c) tous les incidents éventuels relevés en cours de dosage, ainsi que toutes les opérations non prévues dans la présente Norme Internationale, qui ont pu influencer sur les résultats.



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2732:1973

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1b754c56-ef40-47ab-b644-31c4028bb85b/iso-2732-1973>