
Norme internationale



2732

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

Aciers et fontes — Dosage du phosphore — Méthode spectrophotométrique au phosphovanadomolybdate

Steel and cast iron — Determination of phosphorus content — Phosphovanadomolybdate spectrophotometric method

Deuxième édition — 1984-08-15

CDU 669.13/.14 : 543.42 : 546.18

Réf. n° : ISO 2732-1984 (F)

Descripteurs : acier, fonte, analyse chimique, dosage, phosphore, méthode spectrophotométrique.

Prix basé sur 3 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 2732 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 17, *Acier*, et a été soumise aux comités membres en juin 1983.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

Afrique du Sud, Rép. d'	Finlande	Pologne
Allemagne, R. F.	Hongrie	Portugal
Australie	Inde	Roumanie
Autriche	Iran	Royaume-Uni
Belgique	Italie	Tanzanie
Brésil	Japon	Tchécoslovaquie
Bulgarie	Kenya	Turquie
Chine	Mexique	Vénézuela
Corée, Rép. de	Norvège	Yougoslavie
Corée, Rép. dém. p. de	Nouvelle-Zélande	
Espagne	Pays-Bas	

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

Suède
URSS

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 2732-1973).

Aciers et fontes — Dosage du phosphore — Méthode spectrophotométrique au phosphovanadomolybdate

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 % (*m/m*), à condition que les teneurs en tungstène, niobium, tantale et zirconium ne dépassent pas 1 % (*m/m*) pour chacun de ces quatre éléments et les teneurs en titane ne dépassent pas 2 % (*m/m*).

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 la méthyl-4 pentanone-2, en présence d'acide citrique (pour complexer l'arsenic).

Mesurage spectrophotométrique à une longueur d'onde d'environ 425 nm.

4 Réactifs

Au cours de l'analyse, sauf avis contraire, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

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

4.1 Fer pur, ayant une teneur en phosphore égale ou inférieure à 0,001 % (*m/m*).

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

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

4.4 Acide nitrique, dilué 1 + 4.

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

NOTE — On peut également utiliser l'acide perchlorique (ρ 1,67 g/ml environ). 100 ml d'acide perchlorique (ρ 1,54 g/ml environ) équivalent à 79 ml d'acide perchlorique (ρ 1,67 g/ml environ).

4.6 Acide citrique, solution.

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

4.7 Méthyl-4 pentanone-2 (Méthyl-isobutyl-cétone).

4.8 Heptamolybdate d'hexaammonium, solution.

Dissoudre 15 g d'heptamolybdate d'hexaammonium tétrahydraté $[(NH_4)_6Mo_7O_{24} \cdot 4H_2O]$ dans de l'eau, diluer à 100 ml et homogénéiser.

4.9 Métavanadate d'ammonium, solution.

Dissoudre 2,5 g de métavanadate d'ammonium (NH_4VO_3) dans de l'eau, diluer à 1 000 ml et homogénéiser.

4.10 Fluorure de bore, solution.

Dissoudre 40 g d'acide borique (H_3BO_3) dans 300 ml d'eau contenue dans un bécher en plastique, ajouter 100 ml d'acide fluorhydrique (ρ 1,13 g/ml), diluer à 1 000 ml et homogénéiser.

Conserver la solution dans un flacon en plastique.

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

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

4.13 Phosphore, solution étalon.

4.13.1 Phosphore, solution mère à 0,1 g/l.

Peser, à 0,000 1 g près, 0,439 3 g de dihydrogène-ortho-phosphate de potassium (KH_2PO_4), préalablement séché jusqu'à masse constante à 105 °C et refroidi dans un dessiccateur.

Dissoudre dans de l'eau, transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser.

Cette solution doit être préparée tout de suite avant l'usage.

1 ml de cette solution contient 0,1 mg de P.

4.13.2 Phosphore, solution étalon à 0,01 g/l.

Transvaser, 100,0 ml de la solution mère (4.13.1) dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

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

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

Spectrophotomètre.

6 Échantillonnage

Effectuer l'échantillonnage conformément à l'ISO/R 377, ou aux 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

Peser, à 0,001 g près, environ 0,5 g (*m*) d'échantillon.

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 Dosage

7.3.1 Préparation de la solution d'essai

7.3.1.1 Pour des teneurs en phosphore égales ou inférieures à 0,08 % (*m/m*)

Introduire la prise d'essai (7.1) dans une fiole conique de 125 ml. Ajouter 5 ml d'acide nitrique (4.3) et 5 ml d'acide chlorhydrique (4.2), couvrir le bécher d'un verre de montre et chauffer jusqu'à cessation de réaction (voir la note).

Ajouter 10 ml d'acide perchlorique (4.5) 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 des fumées blanches d'acide perchlorique sur les parois du bécher (voir la note en 9.1).

Refroidir, ajouter 25 ml d'acide nitrique (4.4) et quelques fragments de verre, puis faire bouillir pendant 1 à 2 min (voir la note en 9.2).

Ajouter 5 ml de la solution de permanganate de potassium (4.11), faire bouillir pendant 2 min, ajouter 10 ml de solution de nitrite de sodium (4.12) et faire bouillir jusqu'à disparition des vapeurs nitreuses.

NOTE — Pour les échantillons fortement alliés qui ne se dissolvent pas facilement dans ce mélange d'acide, des portions de 5 ml d'acide chlorhydrique (4.2) peuvent être ajoutées jusqu'à 20 ml au maximum.

7.3.1.2 Pour des teneurs en phosphore supérieures à 0,08 % (*m/m*)

Effectuer le même mode opératoire décrit au premier alinéa de 7.3.1.1.

Diluer à environ 100 ml avec de l'eau et filtrer, si nécessaire, pour enlever le graphite.

Refroidir, transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 200 ml, compléter au volume et homogénéiser.

Prélever un volume approprié (*V*) de la solution contenant une masse de phosphore inférieure ou égale à 0,4 mg.

Suivre la description en 7.3.1.1 à partir du second alinéa «Ajouter 10 ml d'acide perchlorique (4.5) . . .» jusqu'à la fin de 7.3.1.1.

7.3.2 Développement de la coloration

Refroidir à environ 20 °C.

Ajouter 10,0 ml de solution de métavanadate d'ammonium (4.9) et 15,0 ml de solution d'heptamolybdate d'hexaammonium (4.8), laisser reposer à une température comprise entre 18 et 25 °C pendant au moins 7 min.

Transvaser la solution dans une ampoule à décanter sphérique de 250 ml, jaugée à 100 ml, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser. Ajouter 10 ml de solution d'acide citrique (4.6), homogénéiser et ajouter immédiatement 40,0 ml de méthyl-4 pentanone-2 (4.7) 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 de méthyl-4 pentanone-2 à l'aide d'un filtre sec dans un petit bécher bien sec.

7.3.3 Mesurage spectrophotométrique

Effectuer les mesurages spectrophotométriques à 20 ± 1 °C en cuve de 2 cm de parcours optique, à une longueur d'onde d'environ 425 nm, après avoir ajusté le spectrophotomètre (chapitre 5) au zéro d'absorbance par rapport à la méthyl-4 pentanone-2 (4.7).

Corriger l'absorbance à l'aide de la solution d'essai à blanc.

7.4 Établissement de la courbe d'étalonnage

7.4.1 Préparation des solutions d'étalonnage

Introduire successivement, dans une série de neuf fioles coniques de 125 ml, 0,5 g de fer pur (4.1) et ensuite, respectivement, les volumes de la solution étalon de phosphore (4.13.2) indiqués dans le tableau suivant.

Volume de la solution étalon de phosphore (4.13.2)	Masse correspondante de phosphore
ml	mg
0	0
5,0	0,05
10,0	0,10
15,0	0,15
20,0	0,20
25,0	0,25
30,0	0,30
35,0	0,35
40,0	0,40

Suivre la description en 7.3.1.1 à partir de «Ajouter 5 ml d'acide nitrique (4.3) et 5 ml d'acide chlorhydrique (4.2) . . .» jusqu'à la fin de 7.3.2, à l'exception de 7.3.1.2.

7.4.2 Mesurages spectrophotométriques

Effectuer les mesurages spectrophotométriques de chacune des solutions en cuves de 2 cm de parcours optique, à une longueur d'onde d'environ 425 nm, après avoir ajusté le spectrophotomètre (chapitre 5) au zéro d'absorbance par rapport au terme zéro des solutions d'étalonnage (7.4.1).

7.4.3 Tracé de la courbe d'étalonnage et calcul du coefficient angulaire, a

Tracer l'absorbance par rapport à la masse connue de phosphore, en milligrammes, dans 40 ml de méthyl-4 pentanone-2.

Calculer le coefficient angulaire, a , à partir de la pente de la courbe d'étalonnage, si celle-ci est une ligne droite.

8 Expression des résultats

La teneur en phosphore (P), exprimée en pourcentage en masse, peut être obtenue conformément à la courbe d'étalonnage, ou être calculée d'après la formule suivante :

pour les teneurs en phosphore égales ou inférieures à 0,08 % (m/m) :

$$\frac{A}{a} \times \frac{1}{m} \times \frac{1}{10^3} \times 100$$

$$= \frac{A}{10 a m}$$

ou

pour les teneurs en phosphore supérieures à 0,08 % (m/m) :

$$\frac{200}{V} \times \frac{A}{a} \times \frac{1}{m} \times \frac{1}{10^3} \times 100$$

$$= \frac{20 A}{V a m}$$

où

a est le coefficient angulaire ou l'absorbance d'une solution contenant 1 mg de phosphore dans 40 ml de méthyl-4 pentanone-2 en cuve de 2 cm de parcours optique;

A est l'absorbance de la solution d'essai corrigée par l'absorbance de l'essai à blanc;

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

V est le volume, en millilitres, pris de la solution d'essai pour les teneurs en phosphore supérieures à 0,08 % (m/m).

9 Notes

9.1 Pour les échantillons contenant plus de 25 % (m/m) de chrome, il faut éliminer le chrome par volatilisation, de la manière suivante :

À la solution fumante, où le chrome est complètement oxydé, ajouter 5 ml d'acide chlorhydrique (4.2), puis 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, suivie d'un autre chauffage à fumées, pour obtenir l'oxydation du chrome résiduel.

9.2 Pour les échantillons contenant du titane, du zirconium, du niobium ou du tantale aux teneurs spécifiées dans le chapitre 1, après l'évaporation d'acide perchlorique, ajouter 20 ml de la solution de fluorure de bore (4.10) en plus de l'acide nitrique (4.4).

10 Procès-verbal d'essai

Le procès-verbal d'essai doit contenir les indications suivantes :

- la méthode employée par référence de la présente Norme internationale;
- les résultats, ainsi que leur mode d'expression;
- tous les incidents éventuels relevés en cours de dosage;
- toutes les opérations non prévues dans la présente Norme internationale ou dans la Norme internationale à laquelle il est fait référence, ou toutes opérations facultatives qui ont pu avoir une influence sur les résultats.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2732:1984

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c625ff10-0d0a-4a41-b113-ba3671a6ebbd/iso-2732-1984>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2732:1984

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c625ff10-0d0a-4a41-b113-ba3671a6ebbd/iso-2732-1984>