
**Nickel, ferronickels et alliages
de nickel — Détermination de la
teneur en phosphore — Méthode
spectrophotométrique au
phosphovanadomolybdate**

*Nickel, ferronickels and nickel alloys — Determination of phosphorus
content — Phosphovanadomolybdate spectrophotometric method*

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

ISO 11400:2021

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/c7a3478a-6d64-40c8-9f93-da6794e4acb7/iso-11400-2021>



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

ISO 11400:2021

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/c7a3478a-6d64-40c8-9f93-da6794e4acb7/iso-11400-2021>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2021

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
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	2
6 Appareillage	3
7 Prélèvement et préparation des échantillons	4
8 Mode opératoire	4
8.1 Prise d'essai	4
8.2 Essai à blanc	4
8.3 Détermination	4
8.3.1 Préparation de la solution pour essai	4
8.3.2 Élimination du chrome	4
8.3.3 Complexation	5
8.3.4 Développement de la coloration et extraction	5
8.3.5 Mesurage spectrophotométrique	5
8.4 Préparation de la courbe d'étalonnage	5
8.5 Essai de contrôle	6
9 Expression des résultats	6
9.1 Calcul	6
9.2 Fidélité	6
9.2.1 Essais en laboratoire	6
9.2.2 Analyse statistique	7
10 Rapport d'essai	8
Bibliographie	9

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.

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.

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 155, *Nickel et alliages de nickel*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 11400:1992), qui a fait l'objet d'une révision technique.

Les principales modifications sont les suivantes:

- le titre a été reformulé;
- l'[Article 2](#) a été mis à jour;
- l'[Article 3](#) a été ajouté et les articles suivants ont été renumérotés;
- l'[Article 4](#) (ancien Article 3) a été partiellement reformulé;
- dans l'[Article 5](#) (ancien Article 4), les références de plusieurs réactifs ont été ajoutées;
- l'[Article 6](#) (ancien Article 5) a été partiellement reformulé, à savoir [6.1](#);
- l'[Article 8](#) (ancien Article 7) a été partiellement réagencé quant à la numérotation des paragraphes;
- en [8.4](#) (ancien 7.7), le [Tableau 2](#) a été ajouté;
- remplacement de 7.8 «Nombre de déterminations» par [8.5](#) «Échantillons de contrôle»;
- la bibliographie a été ajoutée.

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.

Nickel, ferronickels et alliages de nickel — Détermination de la teneur en phosphore — Méthode spectrophotométrique au phosphovanadomolybdate

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode spectrophotométrique pour la détermination des teneurs en phosphore dans les nickels, ferronickels et alliages de nickel à des teneurs comprises entre 0,000 5 % (en masse) et 0,05 % (en masse).

L'arsenic, le chrome, l'hafnium, le niobium, le silicium, le tantale, le titane et le tungstène interfèrent, mais les interférences peuvent être évitées par complexation ou volatilisation (pour le chrome). La teneur la plus basse en phosphore [0,000 5 % (en masse)] ne peut être atteinte que pour des échantillons à faibles teneurs de ces éléments interférents.

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

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

3 Termes et définitions

ISO 11400:2021

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/c7a3478a-6d64-40c8-9f93-da6794e4acb7/iso-11400-2021>

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 <https://www.electropedia.org/>

4 Principe

Mise en solution d'une prise d'essai dans un mélange d'acides nitrique et chlorhydrique. Évaporation à fumées perchloriques dans un bécher en copolymère perfluoroalkoxy (PFA) ou en polytétrafluoroéthylène (PTFE) et élimination du chrome sous forme de chlorure de chromyle volatil.

Complexation du silicium et des éléments réfractaires par l'acide fluorhydrique.

Transformation du phosphore en acide phosphovanadomolybdique en milieu acide perchlorique et nitrique.

Après ajout d'acide citrique pour complexer l'arsenic, extraction de l'acide phosphovanadomolybdique dans la 4-méthyl-2-pentanone.

Mesurage spectrophotométrique à une longueur d'onde de 355 nm.

5 Réactifs

Au cours de l'analyse, sauf spécification contraire, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau distillée ou de pureté équivalente (voir ISO 3696).

Vérifier par des essais à blanc (voir 8.2) que tous les réactifs sont exempts de phosphore. Ceux donnant des valeurs de blanc élevées sont impropres et il convient de ne pas les utiliser. Il convient que la valeur du blanc soit inférieure à 0,000 5 % (en masse), calculée pour 1 g de prise d'essai.

5.1 Acide nitrique, ρ_{20} approximativement 1,41 g/ml.

5.2 Acide nitrique, dilué 1 + 4.

Ajouter précautionneusement 100 ml d'acide nitrique (5.1) à 400 ml d'eau et homogénéiser.

5.3 Acide chlorhydrique, ρ_{20} approximativement 1,19 g/ml.

5.4 Acide fluorhydrique, ρ_{20} approximativement 1,14 g/ml.

AVERTISSEMENT — L'acide fluorhydrique est très irritant et corrosif sur la peau et les muqueuses, provoquant des brûlures sévères qui guérissent lentement. En cas de contact avec la peau, laver abondamment avec de l'eau, appliquer un gel topique contenant 2,5 % (en masse) de gluconate de calcium, et consulter immédiatement un médecin.

5.5 Acide perchlorique, ρ_{20} approximativement 1,67 g/ml.

AVERTISSEMENT — Les vapeurs d'acide perchlorique peuvent provoquer des explosions en présence d'ammoniac, de vapeurs nitreuses ou de matières organiques en général. Toutes les évaporations doivent être effectuées sous une hotte adaptée à l'utilisation d'acide perchlorique.

5.6 Acide citrique, 500 g/l.

Dissoudre 500 g d'acide citrique monohydraté ($\text{H}_8\text{C}_6\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$) dans de l'eau, diluer à 1 000 ml avec de l'eau et homogénéiser.

5.7 4-Méthyl-2-pentanone (méthyl isobutyl cétone).

5.8 Heptamolybdate d'hexaammonium, 150 g/l.

Dissoudre 15 g d'heptamolybdate d'hexaammonium tétrahydraté $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ dans de l'eau, diluer à 100 ml avec de l'eau et homogénéiser.

Cette solution doit être fraîchement préparée tous les jours. En cas de valeurs de blanc élevées et instables, il est possible qu'il existe un problème avec le réactif utilisé. Si tel est le cas, changer de lot.

5.9 Métavanadate d'ammonium, 2,5 g/l.

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

5.10 Nitrite de sodium, 50 g/l.

Dissoudre 50 g de nitrite de sodium (NaNO_2) dans de l'eau, diluer à 1 000 ml avec de l'eau et homogénéiser.