

ISO/TC 155

Secrétariat: AFNOR

Début de vote:
2021-09-29

Vote clos le:
2021-11-24

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*
(standards.itech.ai)

[ISO/FDIS 11400](https://standards.itech.ai/catalog/standards/sist/c7a3478a-6d64-40c8-9f93-da6794e4acb7/iso-fdis-11400)

[https://standards.itech.ai/catalog/standards/sist/c7a3478a-6d64-40c8-9f93-
da6794e4acb7/iso-fdis-11400](https://standards.itech.ai/catalog/standards/sist/c7a3478a-6d64-40c8-9f93-da6794e4acb7/iso-fdis-11400)

LES DESTINATAIRES DU PRÉSENT PROJET SONT INVITÉS À PRÉSENTER, AVEC LEURS OBSERVATIONS, NOTIFICATION DES DROITS DE PROPRIÉTÉ DONT ILS AURAIENT ÉVENTUELLEMENT CONNAISSANCE ET À FOURNIR UNE DOCUMENTATION EXPLICATIVE.

OUTRE LE FAIT D'ÊTRE EXAMINÉS POUR ÉTABLIR S'ILS SONT ACCEPTABLES À DES FINS INDUSTRIELLES, TECHNOLOGIQUES ET COMMERCIALES, AINSI QUE DU POINT DE VUE DES UTILISATEURS, LES PROJETS DE NORMES INTERNATIONALES DOIVENT PARFOIS ÊTRE CONSIDÉRÉS DU POINT DE VUE DE LEUR POSSIBILITÉ DE DEVENIR DES NORMES POUVANT SERVIR DE RÉFÉRENCE DANS LA RÉGLEMENTATION NATIONALE.



Numéro de référence
ISO/FDIS 11400:2021(F)

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO/FDIS 11400

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



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 le lien suivant: <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c7a3478a-cd64-40c8-9193-da6794c4acb7/iso-11400> www.iso.org/iso/fr/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 par rapport à l'édition précédente 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/FDIS 11400

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

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 <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.

5.11 Acide fluoroborique.

Ajouter 75 g d'acide borique (H_3BO_3) à 600 ml d'eau chaude dans un bécher en plastique. Ajouter 50 ml d'acide fluorhydrique (5.4), diluer à 1 000 ml avec de l'eau et agiter jusqu'à ce que l'acide borique soit dissous.

Conserver la solution dans un flacon en plastique.

Si l'acide borique tend à cristalliser, il convient de chauffer légèrement la solution.

5.12 Solution étalon de phosphore, 1 g/l.

Peser, à 0,001 g près, 4,394 g de dihydrogénophosphate de potassium (KH_2PO_4) préalablement séché jusqu'à masse constante à 110 °C et refroidi dans un dessiccateur. Les introduire quantitativement dans une fiole jaugée de 1 000 ml et dissoudre dans l'eau. Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

1 ml de cette solution contient 1 mg de phosphore.

5.13 Solution étalon de phosphore, 10 mg/l.

Introduire 10,0 ml de la solution étalon de phosphore (5.12) dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

1 ml de cette solution contient 10 µg de phosphore.

6 Appareillage

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Toute la verrerie jaugée doit être de classe A, conformément à l'ISO 648 ou à l'ISO 1042, selon le cas.

La verrerie doit être nettoyée avec de l'acide chlorhydrique (5.3) chaud et rincée avec de l'eau.

Outre du matériel courant de laboratoire, on doit utiliser ce qui suit.

6.1 Spectrophotomètre, permettant de mesurer l'absorbance à une longueur d'onde de 355 nm.

En utilisant la largeur de fente recommandée par le fabricant et de la 4-méthyl-2-pentanone (5.7) en tant que solution de compensation, mesurer l'absorbance de la solution à blanc (voir 8.2) à une longueur d'onde d'environ 340 nm. Augmenter alors progressivement la longueur d'onde jusqu'à atteindre l'absorbance maximale (généralement à une longueur d'onde de 355 nm (voir NOTE)). Utiliser cette longueur d'onde pour la détermination.

NOTE 355 nm n'est pas la longueur d'onde du spectre correspondant à l'absorption maximale du complexe. Il n'est pas possible d'utiliser le point maximal puisque la 4-méthyl-2-pentanone commence à absorber la lumière à une longueur d'onde inférieure, où une valeur d'absorbance maximale est obtenue. 355 nm est la longueur d'onde sélectionnée pour donner l'absorption la plus élevée sans donner de valeurs d'absorption négatives à faible concentration en raison de l'absorption du solvant.

6.2 Bêchers en plastique en copolymère perfluoroalkoxy (PFA) ou en polytétrafluoroéthylène (PTFE)

NOTE Les bêchers en PFA ont une base en graphite et sont spécialement construits pour supporter les fumées acides jusqu'à 280 °C.

Avant utilisation, les bêchers doivent être nettoyés minutieusement. Remplir les bêchers avec de l'acide chlorhydrique (5.3), dilué 1 + 1, et porter à ébullition pendant approximativement 2 min. Rincer avec de l'eau.

7 Prélèvement et préparation des échantillons

Le prélèvement et la préparation de l'échantillon pour laboratoire doivent s'effectuer selon des procédures reconnues ou, en cas de litige, selon les normes nationales appropriées.

L'échantillon pour laboratoire se présente normalement sous la forme de copeaux de fraisage ou de perçage, sans autre préparation ultérieure.

S'il est suspecté que l'échantillon pour laboratoire ait pu être contaminé par de l'huile ou de la graisse pendant le fraisage ou le perçage, il doit être nettoyé avec de l'acétone de haute pureté, puis séché à l'air.

Si l'échantillon pour laboratoire contient des particules ou des morceaux de tailles très différentes, il convient que l'échantillon pour essai soit préparé à l'aide d'un diviseur à lames.

8 Mode opératoire

8.1 Prise d'essai

Peser, à 0,001 g près, une prise d'essai correspondant à la teneur présumée en phosphore de l'échantillon, comme indiqué dans le [Tableau 1](#).

Tableau 1 — Masse de la prise d'essai

Teneur présumée en phosphore % (en masse)	Masse de la prise d'essai g	Teneur maximale en éléments interférents [% (en masse)]					
		As	Hf	Nb	Ta	Ti	W
0,000 5 à 0,010	1,0	0,05	0,1	1	0,1	2	2
0,002 0 à 0,040	0,25	0,2	0,5	5	0,5	10	8
0,005 0 à 0,050	0,10	0,5	1,5	10	1,0	25	25

8.2 Essai à blanc

Parallèlement à la détermination et 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, mais en omettant la prise d'essai.

8.3 Détermination

8.3.1 Préparation de la solution pour essai

Introduire la prise d'essai dans un bécher en plastique (6.2) et ajouter 5 ml d'acide nitrique (5.1) et 5 ml d'acide chlorhydrique (5.3). Pour les échantillons ayant de fortes teneurs en niobium, silicium, tantale ou hafnium, ajouter également 7 ml d'acide fluorhydrique (5.4). Couvrir le bécher d'un couvercle en PTFE et chauffer modérément jusqu'à ce que la réaction cesse. Ajouter 10 ml d'acide perchlorique (5.5) et, en laissant une petite ouverture pour laisser s'échapper les vapeurs, évaporer jusqu'au dégagement de fumées denses d'acide perchlorique.

NOTE Le nickel et certains alliages de nickel contenant du cuivre sont plus facilement mis en solution par de l'acide nitrique (5.1), dilué 1 + 1.

8.3.2 Élimination du chrome

Pour les échantillons contenant plus de 0,1 % (en masse) de chrome, poursuivre l'évaporation à fumées jusqu'à ne plus observer de gouttelettes sur le couvercle et jusqu'à ce que tout le chrome soit à l'état d'oxydation hexavalent. Commencer à ajouter de l'acide chlorhydrique (5.3), goutte à goutte, à la solution fumante dans le bécher partiellement couvert, jusqu'à arrêt du dégagement de fumées colorées.

Recommencer l'étape d'évaporation à fumées pour oxyder à nouveau le chrome restant. Répéter le traitement jusqu'à ce qu'aucune fumée jaune n'apparaisse lors de l'ajout d'acide chlorhydrique. Refroidir à température ambiante.

8.3.3 Complexation

Ajouter 25 ml d'acide nitrique (5.2) et 4 ml d'acide fluorhydrique (5.4) à la solution pour essai, et continuer à chauffer pendant 8 min à 10 min jusqu'à dissolution complète des précipités.

Il est important que les oxydes réfractaires précipités soient complètement dissous. Si tel n'est pas le cas, il convient d'ajouter 2 ml d'acide fluorhydrique (5.4) supplémentaires et de porter à nouveau à ébullition. Si le précipité n'est toujours pas dissous, il convient de prélever un nouvel échantillon pour essai de masse inférieure pour la détermination.

Ajouter 10 ml de solution de nitrite de sodium (5.10) et poursuivre l'ébullition de la solution pendant 10 min afin de réduire la quantité résiduelle de dichromate et d'éliminer les vapeurs nitreuses. Au cours de l'ébullition, rincer les parois du bécher à plusieurs reprises avec de l'eau.

Ajouter 40 ml d'acide fluoroborique (5.11), refroidir rapidement la solution pour essai entre 20 °C et 30 °C, et procéder immédiatement au développement de la coloration.

NOTE Les oxydes peuvent précipiter à nouveau si la solution est refroidie en plus de 10 min.

8.3.4 Développement de la coloration et extraction

Ajouter, à la solution limpide et refroidie, 10 ml de la solution de métavanadate d'ammonium (5.9) et 15 ml de la solution d'heptamolybdate d'hexaammonium (5.8). Laisser reposer à une température comprise entre 18 °C et 25 °C pendant un minimum de 7 min, mais pas plus de 15 min.

Transvaser la solution dans une ampoule à décanter de 250 ml, marquée au volume de 100 ml et, si nécessaire, diluer à ce volume avec de l'eau. Ajouter 10 ml d'acide citrique (5.6), mélanger, et ajouter immédiatement 40 ml de 4-méthyl-2-pentanone (5.7). Agiter l'ampoule pendant 30 s. Laisser les deux phases se séparer et rejeter la phase (aqueuse) inférieure.

Sécher l'intérieur de la tige de l'ampoule à décanter avec un petit morceau de papier filtre. Filtrer la phase organique à travers un papier filtre sec dans un petit bécher sec. Procéder immédiatement au mesurage spectrométrique.

8.3.5 Mesurage spectrophotométrique

S'assurer que la température de la solution pour essai est contrôlée à ± 1 °C.

Effectuer le mesurage spectrophotométrique de la solution pour essai (voir 8.3.4) à une longueur d'onde de 355 nm, dans des cuves à parcours optique de 10 mm, par rapport à la 4-méthyl-2-pentanone (5.7).

8.4 Préparation de la courbe d'étalonnage

Introduire les volumes de la solution étalon de phosphore (5.13) indiqués dans le Tableau 2 dans une série de béchers en plastique (6.2) et procéder comme décrit en 8.3, tout en omettant l'étape décrite en 8.3.2.

Soustraire l'absorbance du terme zéro des valeurs d'absorbance de chacune des autres solutions d'étalonnage.

Reporter l'absorbance nette en fonction de la masse, en milligrammes, de phosphore ajouté.

Tableau 2 — Solutions d'étalonnage

Solution étalon de phosphore (5.13) (ml)	Masse de phosphore correspondante (mg)	Teneur en phosphore de la prise d'essai % (en masse)		
		Prise d'essai (1 000 mg)	Prise d'essai (250 mg)	Prise d'essai (100 mg)
0	0	0	0	0
0,5	0,005	0,000 5	0,002	0,005
1,0	0,010	0,001 0	0,004	0,010
2,0	0,020	0,002 0	0,008	0,020
4,0	0,040	0,004 0	0,016	0,040
6,0	0,060	0,006 0	0,024	0,060
8,0	0,080	0,008 0	0,032	0,080
10,0	0,100	0,010 0	0,040	0,100

8.5 Essai de contrôle

La performance de la méthode peut être vérifiée en analysant, parallèlement à la détermination et suivant le même mode opératoire, un ou plusieurs échantillons d'alliage de même nuance et de teneur en phosphore connue.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

9 Expression des résultats

9.1 Calcul

ISO/FDIS 11400
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c7a3478a-6d64-40c8-9f93-da6794e4ach7/iso-fdis-11400>

Corriger la lecture de l'absorbance de la solution pour essai (voir 8.3.5) en soustrayant la lecture de l'absorbance de l'essai à blanc (voir 8.2). Convertir l'absorbance nette de la solution pour essai en milligrammes de phosphore, au moyen de la courbe d'étalonnage (voir 8.4).

La teneur en phosphore, w_p , exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la Formule (1):

$$w_p = \frac{m_2}{10 \times m_1} \quad (1)$$

où

m_1 est la masse, en grammes, de la prise d'essai;

m_2 est la masse, en milligrammes, de phosphore trouvée dans la prise d'essai.

9.2 Fidélité

9.2.1 Essais en laboratoire

Jusqu'à huit laboratoires dans six pays ont participé à des essais suivant ce mode opératoire sur deux échantillons de nickel et quatre échantillons de ferronickel (sept laboratoires dans quatre pays) et sur six échantillons d'alliages de nickel (huit laboratoires dans six pays). Les échantillons ont été analysés trois à quatre fois sur différents jours. La composition nominale des échantillons figure dans le Tableau 3.