

---

# Norme internationale



# 4139

---

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

---

## Ferro-silicium — Dosage de l'aluminium — Méthode par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme

*Ferrosilicon — Determination of aluminium content — Flame atomic absorption spectrometric method*

Première édition — 1979-05-15

ITeH STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

[ISO 4139:1979](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dc287a95-32b4-4c5f-86ac-a17fc26f8ad0/iso-4139-1979>

---

CDU 669.15-198 : 543.422 : 546.621

Réf. n° : ISO 4139-1979 (F)

**Descripteurs** : ferro-alliage, ferro-silicium, alliage au silicium, analyse chimique, dosage, aluminium, méthode spectroscopique d'absorption atomique.

## 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 4139 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 132, *Ferro-alliages*, et a été soumise aux comités membres en janvier 1978.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

Afrique du Sud, Rép. d'  
Allemagne, R. F.  
Australie  
Autriche  
Bulgarie  
Canada  
Égypte, Rép. arabe d'  
Espagne

France  
Inde  
Iran  
Italie  
Japon  
Mexique  
Norvège  
Pologne

ISO 4139:1979

Roumanie

Royaume-Uni

Suède

Tchécoslovaquie

Turquie

URSS

USA

Yougoslavie

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

# Ferro-silicium — Dosage de l'aluminium — Méthode par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme

## 1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme internationale spécifie une méthode de dosage de l'aluminium dans le ferro-silicium, par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme.

La méthode est applicable au ferro-silicium ayant une teneur en aluminium comprise entre 0,05 et 5 % (*m/m*).

## 2 PRINCIPE

Dissolution d'une prise d'essai dans les acides nitrique, fluorhydrique et perchlorique. Évaporation de la solution jusqu'à dégagement de fumées perchloriques.

Séparation et fusion du résidu avec un mélange formé de carbonate de sodium et d'acide borique, dissolution du culot de fusion dans la solution principale.

Pulvérisation de la solution au sein d'une flamme monoxyde de diazote-acétylène, et dosage direct de l'aluminium par spectrométrie d'absorption de la raie 309,3 nm, émise par une lampe à cathode creuse en aluminium.

## 3 RÉACTIFS

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

**3.1 Carbonate de sodium**, anhydre.

**3.2 Acide nitrique**,  $\rho$  1,40 g/ml environ, solution à 68 % (*m/m*) environ.

**3.3 Acide fluorhydrique**,  $\rho$  1,16 g/ml environ, solution à 48 % (*m/m*) environ.

**3.4 Acide perchlorique**,  $\rho$  1,68 g/ml environ, solution à 70 % (*m/m*) environ.

**3.5 Acide chlorhydrique**,  $\rho$  1,19 g/ml environ, solution à 38 % (*m/m*) environ.

**3.6 Acide chlorhydrique**, solution diluée 1 + 9.

Mélanger 1 volume de la solution d'acide chlorhydrique (3.5) avec 9 volumes d'eau et homogénéiser.

**3.7 Acide borique**, en cristaux.

**3.8 Fer**, solution n° 1 correspondant à 10 g de Fe par litre.

Peser, à 0,001 g près, 10 g de fer très pur, exempt d'aluminium, les introduire dans un bécher de 600 ml et les dissoudre dans 50 ml de la solution d'acide chlorhydrique (3.5). Chauffer doucement jusqu'à dissolution complète. Transvaser quantitativement le contenu du bécher dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

**3.9 Fer**, solution n° 2 correspondant à 10 g de Fe par litre.

Peser, à 0,001 g près, 5 g de fer très pur, exempt d'aluminium, les introduire dans un bécher de 600 ml et les dissoudre dans 25 ml de la solution d'acide chlorhydrique (3.5). Chauffer doucement jusqu'à dissolution complète. Ajouter 25 ml de la solution d'acide perchlorique (3.4). Chauffer jusqu'à début de dégagement de fumées blanches perchloriques. Refroidir et ajouter 50 ml de la solution d'acide chlorhydrique (3.5). Attendre la clarification de la solution, puis ajouter 50 ml d'eau. Plonger, dans cette solution, un creuset en platine dans lequel a été fondu au préalable un mélange formé de 5 g du carbonate de sodium (3.1) et de 2,5 g de l'acide borique (3.7) dans un four à moufle réglé à 1 000 °C. Chauffer doucement jusqu'à dissolution complète du culot de fusion. Retirer le creuset du bécher et le rincer soigneusement, en recueillant les eaux de rinçage dans le bécher. Refroidir. Transvaser quantitativement le contenu du bécher dans une fiole jaugée de 500 ml. Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

**3.10 Solution utilisée lors de l'étalonnage pour se ramener aux conditions opératoires de l'analyse.**

Introduire, dans un bécher de 250 ml, 30 ml de la solution d'acide chlorhydrique (3.5), 15 ml de la solution d'acide perchlorique (3.4) et 50 ml d'eau. Plonger, dans cette solution, un creuset en platine dans lequel a été fondu au préalable un mélange formé de 5 g du carbonate de sodium (3.1) et de 2,5 g de l'acide borique (3.7) dans un four à moufle réglé à 1 000 °C. Chauffer doucement jusqu'à dissolution complète du culot de fusion. Retirer le creuset du bécher et le rincer soigneusement, en recueillant les eaux de rinçage dans le bécher. Refroidir. Transvaser quantitativement le contenu du bécher dans une fiole jaugée de 200 ml. Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

**3.11 Aluminium**, solution étalon correspondant à 1 g d'Al par litre.

Peser, à 0,001 g près, 1 g d'aluminium, pureté 99,99 %. L'introduire dans un bécher de 600 ml et le dissoudre dans 30 ml de la solution d'acide chlorhydrique (3.5). Transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

## 4 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et notamment :

**4.1 Creusets en platine**, de capacité 40 ml environ.

**4.2 Bêchers en polytétrafluoréthylène (PTFE)**, ou capsules en platine, de capacité convenable.

**4.3 Spectromètre d'absorption atomique dans la flamme**, muni d'un brûleur alimenté par du monoxyde de diazote et de l'acétylène.

**4.4 Lampe à cathode creuse en aluminium.**

## 5 ÉCHANTILLONNAGE

L'échantillonnage et la préparation des échantillons des ferro-alliages feront l'objet d'une Norme internationale ultérieure.

## 6 MODE OPÉRATOIRE

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

### 6.1 Prise d'essai

Prélever une prise d'essai de  $1 \pm 0,001$  g.

### 6.2 Essai à blanc

Effectuer, parallèlement au dosage et en suivant le même mode opératoire, un essai à blanc en employant les mêmes quantités de tous les réactifs que celles utilisées pour le dosage, mais introduire, dans tous les cas, 50 ml de la solution de fer n° 1 (3.8).

### 6.3 Dosage

#### 6.3.1 Préparation de la solution d'essai

Introduire la prise d'essai (6.1) dans un bécher en PTFE de 150 ml ou dans une capsule en platine de 100 ml environ (4.2), et ajouter 10 ml de la solution d'acide nitrique (3.2).

Ajouter alors, avec précaution et par fractions successives, en agitant après chaque ajout pour faciliter l'amorce graduelle de la réaction, 10 ml de la solution d'acide fluorhydrique (3.3).

Laisser l'attaque se poursuivre à la température ambiante jusqu'à cessation de l'effervescence.

Si la teneur en silicium de l'échantillon est égale ou supérieure à 65 % (m/m), ajouter, à la solution ainsi obtenue, 30 ml de la solution de fer n° 1 (3.8).

Dans tous les cas, ajouter 5 ml de la solution d'acide perchlorique (3.4). Placer le bécher sur une plaque chauffante réglée à une température ne dépassant pas 350 °C et chauffer jusqu'à dégagement d'abondantes fumées blanches perchloriques.

Refroidir.

Ajouter, dans le bécher d'attaque, 30 ml de la solution d'acide chlorhydrique (3.6) et chauffer jusqu'à dissolution de tous les sels solubles. Filtrer le résidu sur papier filtre à texture serrée, en recueillant le filtrat dans un bécher de 250 ml.

Laver le résidu et le papier filtre avec environ 100 ml d'eau chaude, de façon à éliminer toute trace d'acide perchlorique.

Placer le papier filtre dans un creuset en platine (4.1).

Incinérer dans un four à moufle, d'abord à basse température, puis calciner à 1 000 °C durant 15 min environ.

Laisser refroidir dans un dessiccateur.

Ajouter, dans le creuset, 1 g du carbonate de sodium (3.1) et 0,500 g de l'acide borique (3.7). Chauffer sur une plaque chauffante réglée à 250 °C, durant 15 min. Introduire le creuset dans un four à moufle réglé à 1 000 °C et l'y maintenir durant 15 min.

Laisser refroidir le creuset, puis l'introduire dans le bécher contenant le filtrat du résidu de l'attaque acide. Ajouter 5 ml de la solution d'acide chlorhydrique (3.5) et chauffer doucement jusqu'à dissolution complète du culot de fusion.

Retirer le creuset du bécher, le rincer soigneusement, en recueillant les eaux de rinçage dans le bécher, et concentrer la solution par chauffage modéré jusqu'à l'obtention d'un volume de 60 ml environ.

Refroidir.

Transvaser quantitativement le contenu du bécher dans une fiole jaugée de 100 ml. Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser. La préparation de la solution A est ainsi terminée.

#### 6.3.1 TENEURS EN ALUMINIUM INFÉRIEURES À 0,50 % (m/m)

Effectuer le mesurage spécifié en 6.3.2 sur la solution A.

#### 6.3.2 TENEURS EN ALUMINIUM COMPRISES ENTRE 0,50 ET 1,25 % (m/m)

Prélever 20 ml de la solution A et les introduire dans une fiole jaugée de 50 ml. Ajouter, à l'aide d'une burette, 24 ml de la solution de fer n° 2 (3.9).

Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser. La préparation de la solution B est ainsi terminée.

Effectuer le mesurage spécifié en 6.3.2 sur la solution B.

### 6.3.1.3 TENEURS EN ALUMINIUM COMPRISES ENTRE 1,25 ET 5 % (m/m)

Prélever 5 ml de la solution A et les introduire dans une fiole jaugée de 50 ml. Ajouter, à l'aide d'une burette, 36 ml de la solution de fer n° 2 (3.9).

Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser. La préparation de la solution C est ainsi terminée.

Effectuer le mesurage spécifié en 6.3.2 sur la solution C.

NOTE — Suivant la sensibilité de l'appareil utilisé, des dilutions plus importantes peuvent être prévues.

### 6.3.2 Mesurages spectrométriques

Mettre le spectromètre d'absorption atomique dans la flamme (4.3) et la lampe à cathode creuse en aluminium (4.4) sous tension suffisamment tôt pour garantir leur stabilité.

Régler la longueur d'onde à 309,3 nm. Régler la pression du monoxyde de diazote et de l'acétylène suivant les caractéristiques du brûleur. Obtenir le signal optimal en utilisant une solution d'aluminium de concentration connue variable suivant l'appareil, en cherchant à obtenir le maximum de sensibilité et de stabilité.

Mesurer l'absorbance de la solution d'essai (6.3.1.1 ou 6.3.1.2 ou 6.3.1.3), après avoir ajusté le zéro de l'appareil par rapport à la solution de l'essai à blanc des réactifs pour l'établissement de la courbe d'étalonnage (6.4).

Établir une courbe d'étalonnage (voir 6.4) pour chaque série de mesurages.

NOTE — L'aluminium est partiellement ionisé dans la flamme monoxyde de diazote-acétylène. Le fer agit comme un tampon d'ionisation et, par conséquent, accroît le signal dû à l'aluminium. Des essais ont montré que, dans les conditions adoptées, l'accroissement est constant pour une gamme de 3 à 10 g de Fe par litre.

### 6.4 Établissement de la courbe d'étalonnage

Dans une série de huit fioles jaugées de 100 ml, introduire

- 50 ml de la solution de fer n° 2 (3.9), et
- 20 ml de la solution pour se ramener aux conditions opératoires de l'analyse (3.10).

Ajouter ensuite les volumes de la solution étalon d'aluminium (3.11) indiqués dans le tableau ci-dessous.

Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

Effectuer le mesurage de l'absorbance de chaque solution témoin dans les conditions spécifiées en 6.3.2.

Tracer la courbe d'étalonnage en portant, en abscisses, les pourcentages en masse d'aluminium dans le ferro-silicium et, en ordonnées, les valeurs correspondantes des absorbances.

## 7 EXPRESSION DES RÉSULTATS

Déduire de la courbe d'étalonnage le pourcentage en masse d'aluminium dans le ferro-silicium correspondant à l'absorbance mesurée.

## 8 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

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

- a) l'identification de l'échantillon;
- b) la référence de la méthode utilisée;
- c) les résultats, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;
- d) le compte rendu de tout détail particulier éventuel relevé au cours de l'essai;
- e) le compte rendu de toute opération non prévue dans la présente Norme internationale, ou de toute opération facultative.

Solution étalon d'aluminium (3.11)	Masse correspondante d'aluminium	Pourcentage en masse d'aluminium correspondant dans la prise d'essai		
		Solution A 1 g/100 ml	Solution B 1 g/250 ml	Solution C 1 g/1 000 ml
ml	mg			
0*	0	0	0	0
0,50	0,5	0,05	0,125	0,50
1,00	1,0	0,10	0,25	1,00
2,00	2,0	0,20	0,50	2,00
2,50	2,5	0,25	0,625	2,50
3,00	3,0	0,30	0,75	3,00
4,00	4,0	0,40	1,00	4,00
5,00	5,0	0,50	1,25	5,00

\* Essai à blanc des réactifs pour l'établissement de la courbe d'étalonnage.

Page blanche

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 4139:1979

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dc287a95-32b4-4c5f-86ac-a17fc26f8ad0/iso-4139-1979>

Page blanche

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 4139:1979

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dc287a95-32b4-4c5f-86ac-a17fc26f8ad0/iso-4139-1979>

Page blanche

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 4139:1979

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dc287a95-32b4-4c5f-86ac-a17fc26f8ad0/iso-4139-1979>