Norme internationale 4140

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

Ferro-chrome et ferro-silico-chrome — Dosage du chrome — Méthode potentiométrique

Ferrochromium and ferrosilicochromium — Determination of chromium content — Potentiometric method

Première édition — 1979-09-15

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 4140:1979
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f46f7138-1ade-448a-83b8-6133511cbce9/iso-4140-1979

CDU 669.15-198 : 543.257.1 : 546.76 **Réf. nº : ISO 4140-1979 (F)**

Descripteurs : ferro-alliage, ferro-chrome, alliage au chrome, ferro-silico-chrome, alliage au silicium, analyse chimique, dosage, chrome, méthode potentiométrique.

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.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

La Norme internationale ISO 4140 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 :

ISO 4140:1979
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f46f7138-1ade-448a-83b8-6133511c8ce9/iso-4140-1979

Afrique du Sud, Rép. d'	France	Roumanie
Allemagne, R. F.	Inde	Royaume-Uni
Australie	Iran	Suède
Autriche	Italie	Tchécoslovaquie
Bulgarie	Japon	Turquie
Canada	Mexique	URSS
Égypte, Rép. arabe d'	Norvège	USA
Espagne	Pologne	Yougoslavie

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

© **Organisation internationale de normalisation, 1979** ●

Imprimé en Suisse

Ferro-chrome et ferro-silico-chrome — Dosage du chrome — Méthode potentiométrique

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode potentiométrique de dosage du chrome dans le ferro-chrome et dans le ferro-silico-chrome.

La méthode est applicable à toutes les qualités de ces ferro-alliages.

2 Référence

ISO 3713, *Ferro-alliages — Échantillonnage et préparation des échantillons — Régles générales.*[1]

3 Principe

Fusion d'une prise d'essai avec le peroxyde de sodium, dissolution du culot de fusion dans l'eau et acidification de la solution aqueuse par l'acide sulfurique; en variante, pour certains ferro-alliages, dissolution d'une prise d'essai par attaque acide directe. Oxydation du chrome par le persulfate d'ammonium, en présence d'ions argent comme catalyseur. Dosage de la somme chrome et vanadium par titrage potentiométrique au sulfate d'ammonium et de fer(II). Réoxydation du vanadium par le permanganate de potassium; destruction de l'excès de permanganate par le nitrite de potassium, et destruction de l'excès de nitrite par l'urée. Dosage du vanadium par titrage potentiométrique au sulfate d'ammonium et de fer(II), et détermination de la teneur en chrome par différence.

Les réactions sont les suivantes :

$$Cr_2O_7^{2-} + 6\,Fe^{2+} + 14H^+ \rightarrow 2\,Cr^{3+} + 6\,Fe^{3+} + 7H_2O$$

$$VO_2^+ + Fe^{2+} + 2H^+ \rightarrow VO^{2+} + Fe^{3+} + H_2O$$

$$5\,VO^{2+} + MnO_4^- + H_2O \rightarrow 5\,VO_2^+ + Mn^{2+} + 2H^+$$

$$5\,NO_2^- + 2\,MnO_4^- + 6H^+ \rightarrow 5\,NO_3^- + 2\,Mn^{2+} + 3H_2O$$

4 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.

4.1 Peroxyde de sodium.

4.2 Carbonate de sodium.

4.3 Persulfate d'ammonium $[(NH_4)_2S_2O_8]$.

4.4 Urée.

4.5 Acide phosphorique, ϱ 1,7 g/ml.

4.6 Acide nitrique, ϱ 1,42 g/ml.

4.7 Acide fluorhydrique, ϱ 1,14 g/ml.

4.8 Acide sulfurique, solution à 50 % (*V*/*V*).

Ajouter, avec précaution, à 400 ml d'eau, 500 ml d'acide sulfurique (ϱ 1,84 g/ml); homogénéiser, refroidir, diluer à 1 000 ml et homogénéiser.

4.9 Acide chlorhydrique, solution à 40 % (*V*/*V*).

Ajouter, à 600 ml d'eau, 400 ml d'acide chlorhydrique (ϱ 1,19 g/ml), et homogénéiser.

4.10 Nitrate d'argent, solution.

Dissoudre 5 g de nitrate d'argent dans de l'eau et diluer à 1 000 ml.

4.11 Permanganate de potassium, solution.

Dissoudre 2,5 g de permanganate de potassium dans de l'eau et diluer à 100 ml.

4.12 Nitrite de potassium, solution.

Dissoudre 1 g de nitrite de potassium dans de l'eau et diluer à 100 ml.

4.13 Dichromate de potassium

Dissoudre du dichromate de potassium pur dans de l'eau, recristalliser, sécher les cristaux à 150 °C et les fondre à 415 °C. Pulvériser le produit à 8 mesh environ et le conserver dans un flacon en verre muni d'un bouchon en verre rodé.

NOTE — Le dichromate de potassium utilisé peut être un produit très pur pour analyses titrimétriques et être séché à 105 °C avant utilisation.

1) Actuellement au stade de projet.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 4140:1979
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f46f7138-1ade-448a-83b8-
6133511cbee9/iso-4140-1979

4.14 Sulfate d'ammonium et de fer(II), solution titrée 0,17 N environ.

4.14.1 Préparation

Dissoudre 65 g de sulfate d'ammonium et de fer(II) dans 500 ml d'eau, dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Lorsque la dissolution est totale, ajouter 100 ml de la solution d'acide sulfurique (4.8), refroidir, compléter au volume et homogénéiser.

4.14.2 Étalonnage

Introduire 1,000 ± 0,000 2 g de dichromate de potassium (4.13) dans un bécher de 600 ml. Dissoudre dans 100 ml d'eau, ajouter 30 ml de la solution d'acide sulfurique (4.8) et diluer à 300 ml. Poursuivre comme décrit en 7.2.3 et 7.2.4.

L'équivalent en chrome, T, de la solution de sulfate d'ammonium et de fer(II), exprimé en grammes de chrome correspondant à 1 ml de solution, est donné par la formule

$$T = \frac{0{,}353\ 5}{V_1}$$

où V_1 est le volume, en millilitres, de la solution de sulfate d'ammonium et de fer(II), ajouté.

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et notamment :

5.1 Creuset, en fer, nickel, zirconium, alumine ou porcelaine, de capacité 40 ml.

5.2 Bécher, de capacité 600 ml.

5.3 Potentiomètre.

Tout voltmètre à impédance élevée, du type utilisé pour les mesurages de pH, est approprié.

5.4 Électrodes au calomel et en platine.

5.5 Agitateur, mécanique ou magnétique.

6 Échantillon

Utiliser un échantillon préparé conformément à l'ISO 3713.

7 Mode opératoire

7.1 Prise d'essai

Prélever une prise d'essai de 0,5 ± 0,000 2 g.

7.2 Dosage

7.2.1 Introduire la prise d'essai (7.1) dans le creuset (5.1) contenant 10 g de peroxyde de sodium (4.1), ou 7 g du peroxyde de sodium (4.1) et 3 g de carbonate de sodium (4.2), et mélanger soigneusement. En tenant le creuset avec une pince, le faire tourner au-dessus d'une flamme, chauffer d'abord doucement, puis plus fortement jusqu'à fusion complète et disparition des particules de métal au fond du creuset (durée 6 min environ). Laisser refroidir le creuset.

Placer le creuset dans le bécher (5.2). Ajouter, avec précaution, environ 150 ml d'eau et couvrir d'un verre de montre. Chauffer avec précaution et, après cessation de l'effervescence, laisser refroidir. Ajouter 40 ml de la solution d'acide sulfurique (4.8). Lorsque la solution est devenue parfaitement limpide, rincer le verre de montre avec un jet de pissette et retirer le creuset après l'avoir lavé soigneusement à l'eau. Diluer la solution à 300 ml environ.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

7.2.1.1 Mise en solution du ferro-chrome à basse teneur en carbone (0,5 % C max.) et soluble dans les acides

ISO 4140:1979
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/...
6133511cbce9/iso-4140-1979

Introduire la prise d'essai (7.1) dans le bécher (5.2). Ajouter 25 ml de la solution d'acide sulfurique (4.8) et chauffer très doucement, afin d'éviter toute réduction de volume, durant 20 min ou jusqu'au moment où l'action du solvant a apparemment cessé.[1] Ajouter 5 ml d'acide phosphorique (4.5) et évaporer jusqu'à début de dégagement de fumées. Refroidir, ajouter 40 ml d'eau froide, chauffer jusqu'à l'ébullition, oxyder avec de l'acide nitrique (4.6) et faire bouillir durant 2 min. Diluer la solution à 400 ml avec de l'eau chaude.

7.2.1.2 Mise en solution du ferro-silico-chrome (1 % C max.) soluble dans les acides

Introduire la prise d'essai (7.1) dans une capsule en platine, ajouter 10 à 15 ml d'acide fluorhydrique (4.7) et, goutte à goutte et avec précaution, 15 ml d'acide nitrique (4.6).

Chauffer le contenu de la capsule jusqu'à dissolution complète de la prise d'essai. Ajouter 20 ml de la solution d'acide sulfurique (4.8) et 5 ml d'acide phosphorique (4.5), et évaporer jusqu'à dégagement de fumées d'acide sulfurique. Refroidir la capsule, rincer ses parois à l'eau et évaporer de nouveau jusqu'à dégagement de fumées d'acide sulfurique. Refroidir la capsule, dissoudre les sels dans 40 à 60 ml d'eau et transvaser la solution dans un bécher de 600 ml. Rincer la capsule à l'eau, en recueillant les eaux de rinçage dans le bécher. Diluer la solution à 300 ml et chauffer jusqu'à dissolution complète des sels.

1) Il est important de s'assurer que toute la prise d'essai soit couverte par l'acide et qu'aucune particule n'adhère à la paroi du bécher pendant l'introduction de la prise d'essai ou l'agitation ultérieure du bécher au cours de la dissolution.

7.2.2 Ajouter 20 ml de la solution de nitrate d'argent (4.10), 3 gouttes de la solution de permanganate de potassium (4.11) et 8 g de persulfate d'ammonium (4.3), puis porter et maintenir à l'ébullition durant 10 min.[1] Ajouter 0,5 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.9) afin de réduire l'excès de permanganate, et poursuivre l'ébullition durant 5 min après que la coloration de permanganate a disparu.[2] Laisser refroidir la solution à la température ambiante.

7.2.3 Ajouter 10 ml d'acide phosphorique (4.5) dans le cas d'une mise en solution selon 7.2.1 et 5 ml de ce même acide phosphorique dans le cas d'une mise en solution selon 7.2.1.1 et 7.2.1.2. Mettre en marche l'agitateur (5.5). Introduire les électrodes (5.4) dans la solution et les relier au potentiomètre (5.3).

7.2.4 Titrer avec la solution de sulfate d'ammonium et de fer(II) (4.14), en agitant continuellement, jusqu'à l'obtention d'un saut de potentiel de 200 mV environ.[3] La quantité de solution de sulfate d'ammonium et de fer(II) utilisée correspond à la somme chrome + vanadium.

7.2.5 Ajouter de la solution de permanganate de potassium (4.11), goutte à goutte, jusqu'à l'obtention d'une coloration rose très nette qui dure plus de 1 min.[4] Ajouter de la solution de nitrite de potassium (4.12), goutte à goutte, jusqu'à disparition de la coloration du permanganate et observation d'une variation de potentiel, puis en ajouter 2 gouttes en excès. Ajouter environ 0,5 g d'urée (4.4) pour détruire l'excès de nitrite. Titrer avec la solution de sulfate d'ammonium et de fer(II) jusqu'à l'obtention d'un saut de potentiel. Ce titrage correspond à la teneur en vanadium.

8 Expression des résultats

La teneur en chrome, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$\frac{100\,T\,(V_2 - V_3)}{m}$$

où

T est l'équivalent en chrome de la solution d'ammonium et de fer(II) (4.14), exprimé en grammes de chrome correspondant à 1 ml de solution;

V_2 est le volume, en millilitres, de la solution de sulfate d'ammonium et de fer(II) (4,14), utilisé pour le premier titrage (chrome + vanadium);

V_3 est le volume, en millilitres, de la solution de sulfate d'ammonium et de fer(II) (4.14), utilisé pour le second titrage (vanadium);

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai (7.1).

9 Reproductibilité

L'expérience a montré que les limites de confiance au niveau 95 %, pour un opérateur expérimenté, sont ± 0,20 % (m/m) pour des teneurs en chrome voisines de 70 % (m/m).

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

10 Procès-verbal d'essai

ISO 4140:1979
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f46f1138-1ade-448a-83b8-6133511cbce9/iso-4140-1979

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

a) la référence de la méthode utilisée;

b) les résultats, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;

c) tout détail particulier relevé au cours de l'essai;

d) toute opération non prévue dans la présente Norme internationale, ou facultative.

---

1) Si la coloration de l'acide permanganique ne se développe pas après 5 min d'ébullition, faire des additions successives de 0,5 g de persulfate d'ammonium à la solution chaude jusqu'à l'apparition de la coloration.

2) Si la coloration de l'acide permanganique ne disparaît pas, faire d'autres additions de 0,5 ml de la solution d'acide chlorhydrique, en faisant bouillir, après chaque ajout, jusqu'à disparition de la coloration.

3) Si la teneur en chrome de l'échantillon dépasse 31 % (m/m), commencer par ajouter 50 ml de la solution de sulfate d'ammonium et de fer(II) à l'aide d'une pipette; si elle dépasse 68 % (m/m), commencer par en ajouter 100 ml.

4) Le développement de la coloration rose indique la réoxydation du vanadium, ce qui peut également être mis en évidence par l'accroissement de potentiel correspondant.

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4140:1979
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f46f7138-1ade-448a-83b8-6133511cbce9/iso-4140-1979

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4140:1979
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f46f7138-1ade-448a-83b8-6133511cbce9/iso-4140-1979

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4140:1979
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f46f7138-1ade-448a-83b8-6133511cbce9/iso-4140-1979