

---

**NORME INTERNATIONALE**



**4158**

---

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

---

## **Ferrosilicium, ferro-silico-manganèse et ferro-silico-chrome — Dosage du silicium — Méthode gravimétrique**

*Ferrosilicon, ferrosilicomanganese and ferrosilicochromium — Determination of silicon content —  
Gravimetric method*

**iTeh STANDARD PREVIEW**

Première édition — 1978-12-15 **(standards.iteh.ai)**

[ISO 4158:1978](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0b9d97a1-fae5-4710-a750-10b1663c0dcd/iso-4158-1978)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0b9d97a1-fae5-4710-a750-10b1663c0dcd/iso-4158-1978>

---

CDU 669.15-198 : 543.21 : 546.28

Réf. n° : ISO 4158-1978 (F)

**Descripteurs** : ferro-alliage, ferro-silicium, analyse chimique, dosage, silicium, méthode gravimétrique.

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 4158 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 132, *Ferro-alliages*, et a été soumise aux comités membres en octobre 1977.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

|                         |             |                 |
|-------------------------|-------------|-----------------|
| Afrique du Sud, Rép. d' | Inde        | Royaume-Uni     |
| Allemagne, R.F.         | Iran        | Suède           |
| Australie               | Italie      | Tchécoslovaquie |
| Autriche                | Japon       | Turquie         |
| Bulgarie                | Mexique     | U.R.S.S.        |
| Canada                  | Norvège     | U.S.A.          |
| Corée, Rép. de          | Philippines | Yougoslavie     |
| Espagne                 | Pologne     |                 |
| France                  | Roumanie    |                 |

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

# Ferrosilicium, ferro-silico-manganèse et ferro-silico-chrome — Dosage du silicium — Méthode gravimétrique

## 1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme internationale spécifie une méthode de dosage gravimétrique du silicium dans le ferrosilicium, le ferro-silico-manganèse et le ferro-silico-chrome.

La méthode est applicable aux alliages contenant de 8 à 95 % (*m/m*) de silicium.

## 2 RÉFÉRENCE

ISO 3713, *Ferro-alliages — Échantillonnage et préparation des échantillons — Règles générales.*<sup>1)</sup>

## 3 PRINCIPE

Transformation du silicium dans une prise d'essai en silicate par fusion oxydante au peroxyde de sodium et reprise acide.

Double insolubilisation du silicate par évaporation en milieu perchlorique et pesée de la silice impure.

Double volatilisation fluorhydrique-sulfurique de la silice, pesée du résidu et dosage, par différence, de la silice pure.

## 4 RÉACTIFS

Au cours de l'analyse, n'utiliser que 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, (anhydre).**

**4.3 Solution ammoniacale,  $\rho$  0,91 g/ml.**

**4.4 Acide perchlorique<sup>2)</sup>,  $\rho$  1,61 g/ml.**

**4.5 Acide fluorhydrique,  $\rho$  1,14 g/ml.**

**4.6 Acide chlorhydrique,  $\rho$  1,19 g/ml.**

**4.7 Acide sulfurique,  $\rho$  1,83 g/ml.**

**4.8 Acide chlorhydrique,  $\rho$  1,19 g/ml, dilué 1 + 9.**

**4.9 Acide sulfurique,  $\rho$  1,83 g/ml, dilué 1 + 1.**

**4.10 Nitrate d'argent, solution à 10 g/l.**

## 5 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et notamment :

**5.1 Creuset**, d'une capacité de 40 ml, en fer exempt de silicium, en carbone vitreux, en nickel ou en zirconium.

**5.2 Bêchers**, pour la dissolution du culot, en polytétrafluoréthylène, en acier inoxydable ou en nickel très pur.

**5.3 Capsule en platine**, d'une capacité de 40 ml.

**5.4 Entonnoir cannelé en verre**, de 75 mm de diamètre.

**5.5 Bêcher en verre**, d'une capacité de 600 ou 800 ml.

**5.6 Four à moufle.**

**5.7 Dessiccateur.**

## 6 ÉCHANTILLON

Utiliser une poudre passant au tamis d'ouverture de maille de 160  $\mu\text{m}$ , préparée conformément à l'ISO 3713.

## 7 MODE OPÉRATOIRE

### 7.1 Prise d'essai

Pour des teneurs en silicium inférieures ou égales à 50 % (*m/m*), prélever une prise d'essai de  $0,50 \pm 0,0002$  g.

NOTE — Pour des teneurs en silicium inférieures à 25 % (*m/m*), il est possible d'opérer sur une prise d'essai de 1 g.

Pour des teneurs en silicium supérieures à 50 % (*m/m*), prélever une prise d'essai de  $0,25 \pm 0,0002$  g.

1) Actuellement au stade de projet.

2) L'attention est attirée sur les risques présentés par l'acide perchlorique quand on le chauffe pour l'amener à fumer.

## 7.2 Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc parallèlement au dosage, en suivant le même mode opératoire et en utilisant la même quantité de tous les réactifs.

## 7.3 Dosage

**7.3.1** Introduire la prise d'essai (7.1) dans le creuset (5.1), contenant 10 à 12 g de peroxyde de sodium (4.1). Mélanger soigneusement et puis, pour éviter la perte de prise d'essai, couvrir de 3 g de peroxyde de sodium (4.1) ou de 3 g de carbonate de sodium (4.2).

Chauffer préalablement le creuset contenant la prise d'essai et le fondant sur une plaque chauffante électrique, à une température entre 350 et 400 °C, jusqu'au noircissement du culot. En tenant le creuset dans une pince, lui donner un mouvement circulaire au-dessus d'une flamme, en chauffant doucement d'abord, pour éviter les déflagrations, et plus fort ensuite, jusqu'à fusion complète. Maintenir ensuite le produit de fusion au rouge vif durant environ 5 min. Laisser refroidir le creuset.

**7.3.2** Dissoudre le culot de fusion comme spécifié en 7.3.2.1 ou 7.3.2.2.

### 7.3.2.1 Variante I

Placer le creuset dans un bécher (5.2), contenant 200 ml d'eau, et couvrir d'un verre de montre. Lorsque l'effervescence a cessé, retirer le creuset et le laver avec de l'eau chaude, en recueillant les eaux de lavage dans le même bécher. Transvaser la solution alcaline dans un bécher en verre (5.5), contenant 30 ml d'acide chlorhydrique (4.6). Agiter pour homogénéiser la solution. Attendre que les sels soient dissous et ajouter 100 ml d'acide perchlorique (4.4).

Procéder comme spécifié en 7.3.3.

### 7.3.2.2 Variante II

Couvrir le creuset et le taper sur une surface dure, afin de détacher le culot. Transvaser le culot dans un bécher en verre (5.5), contenant 100 ml d'acide perchlorique (4.4). Remplir le creuset d'eau chaude et lorsque l'effervescence dans le bécher est terminée, transvaser le contenu du creuset dans le bécher. Transvaser tout résidu du creuset dans le bécher en utilisant un agitateur à bout en caoutchouc et un minimum d'eau. Ajouter 30 ml d'acide chlorhydrique (4.6).

Procéder comme spécifié en 7.3.3.

**7.3.3** Placer le bécher sur une plaque à fort chauffage jusqu'à dégagement des fumées blanches perchloriques. Continuer le chauffage jusqu'à ce que le résidu fumant arrive au début de la cristallisation et prenne une consistance pâteuse. Retirer de la plaque chauffante et laisser refroidir. Reprendre par 20 ml d'acide chlorhydrique (4.6), versés doucement sur le bord du bécher, et quelques millilitres d'eau chaude. Agiter et diluer avec 250 ml d'eau bouillante. Bien mélanger et laisser déposer.

Filtrer la silice sur un papier filtre sans cendres, plat, de 125 mm, placé sur l'entonnoir cannelé en verre (5.4). Conserver le filtrat. Rincer le bécher à l'eau tiède en s'aidant d'un agitateur à bout en caoutchouc. Laver le filtre avec la solution tiède d'acide chlorhydrique (4.8) jusqu'à disparition de la coloration jaune due aux sels de fer, puis finalement plusieurs fois avec de l'eau chaude jusqu'à disparition des ions chlorures [vérifier par un essai à la touche avec la solution de nitrate d'argent (4.10)]. Le filtre doit être lavé parfaitement, afin d'éliminer toute trace d'acide perchlorique susceptible de provoquer des déflagrations lors de l'incinération.

Transvaser le filtrat et les eaux de lavage dans le bécher ayant servi à la première insolubilisation. Évaporer jusqu'à un volume de 250 ml environ. Ajouter 20 ml d'acide perchlorique (4.4) et effectuer une deuxième insolubilisation comme indiqué au premier alinéa de 7.3.3. Reprendre, filtrer, en utilisant un papier filtre neuf, et laver le précipité comme précédemment, mais effectuer le lavage final avec de l'eau froide (au lieu d'eau chaude).

**7.3.4** Placer les deux filtres contenant les précipités de silice dans la capsule en platine (5.3). Ajouter 4 gouttes de la solution ammoniacale (4.3) aux filtres<sup>1)</sup>. Incinérer au four à moufle (5.6), d'abord à 400 °C maximum. Laisser refroidir. Ajouter 1 ml d'acide sulfurique (4.9). Évaporer à sec jusqu'à cessation complète des fumées sulfuriques. Calciner au four à moufle à 1 100 °C jusqu'à masse constante. Laisser refroidir dans un dessiccateur et peser la capsule contenant la silice impure.

**7.3.5** Humecter la silice impure avec quelques gouttes d'eau. Ajouter 10 ml environ d'acide fluorhydrique (4.5) et deux ou trois gouttes d'acide sulfurique (4.7). Évaporer à sec jusqu'à disparition complète des fumées sulfuriques. Procéder à une deuxième volatilisation dans les conditions décrites précédemment, mais en réduisant la quantité d'acide fluorhydrique à 2 ml.

Calciner au four à moufle (5.6) à 1 100 °C jusqu'à masse constante. Laisser refroidir dans un dessiccateur et peser la capsule contenant les impuretés.

1) Cela réduit le risque de projection de silice hors du creuset avec les perchlorates volatiles.

## 8 EXPRESSION DES RÉSULTATS

La teneur en silicium, exprimée en pourcentage en masse de l'échantillon, est donnée par la formule

$$\frac{[(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)] \times 0,4674 \times \frac{100}{m_0}}{46,74 [(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)]}$$

où

$m_0$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai (7.1);

$m_1$  est la masse, en grammes, de la capsule et de la silice impure obtenue par le dosage (7.3.4);

$m_2$  est la masse, en grammes, de la capsule et des impuretés obtenues par le dosage (7.3.5);

$m_3$  est la masse, en grammes, de la capsule et de la silice impure obtenue par l'essai à blanc;

$m_4$  est la masse, en grammes, de la capsule et des impuretés obtenues par l'essai à blanc;

0,4674 est le facteur de conversion de la silice en silicium.

## 9 RÉPÉTABILITÉ

L'expérience a montré que les limites de confiance à 95 % pour un opérateur expérimenté sont :

± 0,30 % pour les teneurs en silicium supérieures à 50 % (m/m);

± 0,20 % pour les teneurs en silicium inférieures à 50 % (m/m).

## 10 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

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

- la référence de la méthode utilisée;
- les résultats ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;
- tout détail particulier relevé au cours de l'essai;
- toute opération non prévue dans la présente Norme internationale ou considérée comme facultative.

Page blanche

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

ISO 4158:1978

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0b9d97a1-fae5-4710-a750-10b1663c0dcd/iso-4158-1978>

Page blanche

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

ISO 4158:1978

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0b9d97a1-fae5-4710-a750-10b1663c0dcd/iso-4158-1978>

Page blanche

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

ISO 4158:1978

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0b9d97a1-fae5-4710-a750-10b1663c0dcd/iso-4158-1978>