

INTERNATIONAL STANDARD

ISO
9768

First edition
1990-10-01

Tea — Determination of water extract

Thé — Détermination de l'extrait à l'eau



Reference number
ISO 9768:1990(E)

Foreword

ISO (the International Organization for Standardization) is a worldwide federation of national standards bodies (ISO member bodies). The work of preparing International Standards is normally carried out through ISO technical committees. Each member body interested in a subject for which a technical committee has been established has the right to be represented on that committee. International organizations, governmental and non-governmental, in liaison with ISO, also take part in the work. ISO collaborates closely with the International Electrotechnical Commission (IEC) on all matters of electrotechnical standardization.

Draft International Standards adopted by the technical committees are circulated to the member bodies for voting. Publication as an International Standard requires approval by at least 75 % of the member bodies casting a vote.

International Standard ISO 9768 was prepared by Technical Committee ISO/TC 34, *Agricultural food products*.

This first edition of ISO 9768 cancels and replaces ISO 1574:1980, of which it constitutes a technical revision.

© ISO 1990

All rights reserved. No part of this publication may be reproduced or utilized in any form or by any means, electronic or mechanical, including photocopying and microfilm, without permission in writing from the publisher.

International Organization for Standardization
Case Postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Switzerland

Printed in Switzerland

Tea — Determination of water extract

1 Scope

This International Standard specifies a method for the determination of the water extract from unground tea.

NOTE 1 Special sample preparation for very large leaf green and black teas may be required. Further work to determine the precise method of sample preparation for these teas is being undertaken.

2 Normative reference

The following standard contains provisions which, through reference in this text, constitute provisions of this International Standard. At the time of publication, the edition indicated was valid. All standards are subject to revision, and parties to agreements based on this International Standard are encouraged to investigate the possibility of applying the most recent edition of the standard indicated below. Members of IEC and ISO maintain registers of currently valid International Standards.

ISO 1573:1980, *Tea — Determination of loss in mass at 103 °C*.

3 Definition

For the purposes of this International Standard, the following definition applies.

water extract: The soluble matter extracted from a test portion by boiling water, under the conditions specified in this International Standard, expressed as a percentage by mass on the dry basis.

4 Principle

Extraction of soluble matter from a test portion of the product by means of water boiling under reflux. Filtration, washing, drying and weighing of the hot-water-insoluble residue. Calculation of the water extract.

5 Apparatus

Usual laboratory apparatus and, in particular, the following.

5.1 Oven, constant-temperature and fan-assisted, capable of being controlled at $103\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$.

5.2 Crucible, made of sintered borosilicate glass, of porosity grade P160, 40 mm in diameter and of 70 ml capacity.

5.3 Desiccator, containing an efficient desiccant.

5.4 Flask, of 500 ml capacity, fitted with a reflux condenser.

5.5 Filter flask, of 1 litre capacity, for vacuum filtration.

6 Test sample

Use an unground test sample of known dry matter content, determined using the method specified in ISO 1573.

7 Procedure

7.1 Preparation of the crucible

Heat the clean crucible (5.2) for 1 h in the oven (5.1) at $103\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$. Cool in the desiccator (5.3) and weigh to the nearest 0,001 g.

7.2 Test portion

Weigh, to the nearest 0,001 g, 2 g of the unground test sample (clause 6) into the flask (5.4).

7.3 Determination

Add to the test portion (7.2) 200 ml of hot distilled water, or water of at least equivalent purity, and reflux over low heat for 1 h, rotating the flask oc-

asionally. Filter hot under vacuum through the prepared crucible (7.1) using the filter flask (5.5). Repeatedly wash out the flask with hot distilled water, transferring all the insoluble residue into the crucible. Finally, wash the residue with 200 ml of hot distilled water. Dry the residue by suction. Heat the crucible and its contents in the oven (5.1) controlled at $103\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ for 16 h (i.e. overnight). Cool in the desiccator (5.3) and weigh to the nearest 0,001 g.

7.4 Number of determinations

Carry out two determinations on the same unground test sample (clause 6).

8 Expression of results

The water extract yielded by the unground test sample, expressed as a percentage by mass on the dry basis, is given by the formula

$$\frac{(m_0 \times RS) - (m_1 \times 100)}{m_0 \times RS} \times 100$$

where

- m_0 is the mass, in grams, of the test portion;
- m_1 is the mass, in grams, of the dried insoluble residue;
- RS is the dry matter content, expressed as a percentage by mass, of the unground test sample. It is equal to 100 minus the loss in mass at $103\text{ }^{\circ}\text{C}$ determined using the method specified in ISO 1573.

Take as the result the arithmetic mean of the values of the two determinations, provided that the requirement for repeatability (see 9.2) is satisfied.

9 Precision

9.1 Statistical results of inter-laboratory tests

Four inter-laboratory tests, carried out between 1984 and 1989 under the auspices of the International Organization for Standardization, gave the statistical results (evaluated in accordance with ISO 5725¹⁾) shown in table 1.

Table 1 — Statistical results of inter-laboratory tests

Year	1984	1986	1988	1989
Number of laboratories	7	21	16	10
Number of samples	3	6	6	3
Repeatability, r	0,877 to 1,259	0,677 to 1,114	1,37 to 1,60	0,50 to 0,63
Reproducibility, R	1,252 to 1,422	1,871 to 2,934	4,69 to 6,19	1,02 to 1,45

9.2 Repeatability

The difference between the values of two determinations, carried out in rapid succession (or simultaneously) by the same operator using the same apparatus on the same test sample, shall not exceed 1,0 % (m/m).

9.3 Reproducibility

The difference between the values of the final result obtained by two laboratories using this method for the analysis of the same laboratory sample is not expected to exceed 2,5 % (m/m) (95 % confidence level).

10 Test report

The test report shall specify the method used and the result obtained. It shall also mention all operating details not specified in this International Standard, or regarded as optional, together with details of any incidents which may have influenced the result.

The test report shall include all information necessary for the complete identification of the sample.

1) ISO 5725:1986, *Precision of test methods — Determination of repeatability and reproducibility for a standard test method by inter-laboratory tests*.

STANDARDSISO.COM : Click to view the full PDF of ISO/TR 9769:1988

STANDARDSISO.COM : Click to view the full PDF of ISO/TR 9769:1988

STANDARDSISO.COM : Click to view the full PDF of ISO/TR 9769:1988

STANDARDSISO.COM : Click to view the full PDF of ISO/TR 9769:1988

UDC 663.95:543.831

Descriptors: agricultural products, tea, tests, determination, water, soluble matter, extraction methods.

Price based on 2 pages



Steel and iron — Review of available methods of analysis

ISO (the International Organization for Standardization) is a worldwide federation of national standards bodies (ISO member bodies). The work of preparing International Standards is normally carried out through ISO technical committees. Each member body interested in a subject for which a technical committee has been established has the right to be represented on that committee. International organizations, governmental and non-governmental, in liaison with ISO, also take part in the work.

The main task of ISO technical committees is to prepare International Standards. In exceptional circumstances a technical committee may propose the publication of a technical report of one of the following types :

- type 1, when the necessary support within the technical committee cannot be obtained for the publication of an International Standard, despite repeated efforts;
- type 2, when the subject is still under technical development, requiring wider exposure;
- type 3, when a technical committee has collected data of a different kind from that which is normally published as an International Standard ("state of the art", for example).

Technical reports are accepted for publication directly by ISO Council. Technical reports types 1 and 2 are subject to review within three years of publication, to decide if they can be transformed into International Standards. Technical reports type 3 do not necessarily have to be reviewed until the data they provide are considered to be no longer valid or useful.

ISO/TR 9769 was prepared by Technical Committee ISO/TC 17, Steel.

It was decided to publish this document in the form of a technical report type 3.

Aciers et fontes — Vue d'ensemble des méthodes d'analyse disponibles

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.

La tâche principale des comités techniques de l'ISO est d'élaborer les Normes internationales. Exceptionnellement, un comité technique peut proposer la publication d'un rapport technique de l'un des types suivants :

- type 1 : lorsque, en dépit de maints efforts au sein d'un comité technique, l'accord requis ne peut être réalisé en faveur de la publication d'une Norme internationale;
- type 2 : lorsque le sujet en question est encore en cours de développement technique et requiert une plus grande expérience;
- type 3 : lorsqu'un comité technique a réuni des données de nature différente de celles qui sont normalement publiées comme Normes internationales (ceci pouvant comprendre des informations sur l'état de la technique, par exemple).

La publication des rapports techniques dépend directement de l'acceptation du Conseil de l'ISO. Les rapports techniques des types 1 et 2 font l'objet d'un nouvel examen trois ans au plus tard après leur publication afin de décider éventuellement de leur transformation en Normes internationales. Les rapports techniques du type 3 ne doivent pas nécessairement être révisés avant que les données fournies ne soient plus jugées valables ou utiles.

L'ISO/TR 9769 a été élaboré par le comité technique ISO/TC 17, Acier.

Il a été décidé de publier le présent document sous forme de rapport technique du type 3.

1 Scope and field of application

This Technical Report aims to facilitate reference to the available international standard method(s) for the determination of required element(s) in steel and iron.

In this Technical Report, field of application, method of determination (principle) and precision (see annex B) of each standard are stated.

1 Objet et domaine d'application

Le présent Rapport technique vise à faciliter la référence à la (aux) norme(s) internationale(s) disponible(s) pour le dosage de l'(des) élément(s) requis dans les aciers et fontes.

Dans ce présent Rapport technique sont exposés le domaine d'application, la méthode de dosage (principe) et les données de fidélité (voir annexe B) de chaque norme.

2 List of International Standards

Liste de Normes internationales

2.1 Carbon Carbone

Reference	Ed Pages	Title	Titre
ISO 437-1982	4	Steel and cast iron - Determination of total carbon content - Combustion gravimetric method	Aciers et fontes - Dosage du carbone total - Méthode gravimétrique après combustion
ISO/TR 4830/1 -1978	6	Steel - Determination of low carbon contents - Part I : Manometric (low-pressure) method after combustion	Acier - Dosage du carbone en faibles teneurs - Partie I : Méthode manométrique (basse pression) après combustion
ISO/TR 4830/2 -1978	10	Steel - Determination of low carbon contents - Part II : Titrimetric method after combustion	Acier - Dosage du carbone en faibles teneurs - Partie II : Méthode titrimétrique après combustion
ISO/TR 4830/3 -1978	8	Steel - Determination of low carbon contents - Part III : Conductimetric measurement after combustion	Acier - Dosage du carbone en faibles teneurs - Partie III : Méthode conductimétrique après combustion
ISO/TR 4830/4 -1978	8	Steel - Determination of low carbon contents - Part IV : Coulometric method after combustion	Acier - Dosage du carbone en faibles teneurs - Partie IV : Méthode coulométrique après combustion

2.2 Chromium Chrome

Reference	Ed Pages	Title	Titre
ISO 4936-1984	3	Steel and cast iron - Determination of chromium content - Diphenylcarbazide spectrophotometric method	Aciers et fontes - Dosage du chrome - Méthode spectrophotométrique à la diphénylcarbazide
ISO 4937-1986	8	Steel and iron - Determination of chromium content - Potentiometric or visual titration method	Aciers et fontes - Dosage du chrome - Méthode par titrage potentiométrique ou visuel

2.3 Copper Cuivre

Reference	Ed Pages	Title	Titre
ISO 4943-1985	6	Steel and cast iron - Determination of copper content - Flame atomic absorption spectrometric method	Aciers et fontes - Dosage du cuivre - Méthode par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme
ISO 4946-1984	6	Steel and cast iron - Determination of copper content - 2,2'-Biquinolyl spectrophotometric method	Aciers et fontes - Dosage du cuivre - Méthode spectrophotométrique au 2,2'-biquinolyle

2.4 Manganese Manganèse

Reference	Ed Pages	Title	Titre
ISO 629-1982	4	Steel and cast iron - Determination of manganese content - Spectrophotometric method	Aciers et fontes - Dosage du manganèse - Méthode spectrophotométrique

2.5 Molybdenum Molybdène

Reference	Ed Pages	Title	Titre
ISO 4941-1978	4	Steels and cast irons - Determination of molybdenum content - Photometric method	Aciers et fontes - Dosage du molybdène - Méthode photométrique

2.6 Nickel Nickel

Reference	Ed Pages	Title	Titre
ISO/DIS 4938		Steel and iron - Determination of nickel content - Gravimetric or titrimetric method	Aciers et fontes - Dosage du nickel - Méthode gravimétrique ou titrimétrique
ISO 4939-1984	6	Steel and cast iron - Determination of nickel content - Dimethylglyoxime spectrophotometric method	Aciers et fontes - Dosage du nickel - Méthode spectrophotométrique à la diméthylglyoxime
ISO 4940-1985	7	Steel and cast iron - Determination of nickel content - Flame atomic absorption spectrometric method	Aciers et fontes - Dosage du nickel - Méthode par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme

2.7 Niobium Niobium

Reference	Ed Pages	Title	Titre
ISO/DIS 9441		Steel - Determination of niobium content - PAR spectrophotometric method	Aciers - Dosage du niobium - Méthode spectrophotométrique au PAR

2.8 Nitrogen Azote

Reference	Ed Pages	Title	Titre
ISO 4945-1977	6	Steel - Determination of nitrogen content - Spectrophotometric method	Acier - Dosage de l'azote - Méthode spectrophotométrique

2.9 Phosphorus Phosphore

Reference	Ed Pages	Title	Titre
ISO 2732-1984	2 3	Steel and cast iron - Determination of phosphorus content - Phosphovanado-molybdate spectrophotometric method	Aciers et fontes - Dosage du phosphore - Méthode spectrophotométrique au phosphovanadomolybdate

2.10 Silicon Silicium

Reference	Ed Pages	Title	Titre
ISO 439-1982	3	Steel and cast iron - Determination of total silicon - Gravimetric method	Aciers et fontes - Dosage du silicium total - Méthode gravimétrique
ISO 4829/1-1986	7	Steel and cast iron - Determination of total silicon content - Reduced molybdosilicate spectrophotometric method - Part 1 : Silicon contents between 0,05 and 1,0 %	Aciers et fontes - Dosage du silicium total - Méthode spectrophotométrique au molybdosilicate réduit - Partie 1 : Teneurs en Silicium entre 0,05 et 1,0 %
ISO/DIS 4829/2		Steel and iron - Determination of total silicon content - Reduced molybdosilicate spectrophotometric method - Part 2 : Silicon contents between 0,01 and 0,05 %	Aciers et fontes - Dosage du silicium total - Méthode spectrophotométrique au molybdosilicate réduit - Partie 2 : Teneurs en Silicium entre 0,01 et 0,05 %

2.11 Sulfur Soufre

Reference	Ed	Pages	Title	Titre
ISO 671-1982	5		Steel and cast iron - Determination of sulphur content - Combustion titrimetric method	Aciers et fontes - Dosage du soufre - Méthode titrimétrique après combustion
ISO 4934-1980	5		Steel and cast iron - Determination of sulphur content - Gravimetric method	Aciers et fontes - Dosage du soufre - Méthode gravimétrique

2.12 Vanadium Vanadium

Reference	Ed	Pages	Title	Titre
ISO/DIS 4942			Steel and iron - Determination of vanadium content - N-BPHA spectrophotometric method	Aciers et fontes - Dosage du vanadium - Méthode spectrophotométrique au N-BPHA
ISO 4947-1986	6		Steel and cast iron - Determination of vanadium content - Potentiometric titration method	Aciers et fontes - Dosage du vanadium - Méthode par titrage potentiométrique

STANDARDSISO.COM : Click to view the full PDF of ISO/TR 9769:1988

(1) CARBON (total)

Reference	Field of application		Method of determination (Principle)
		Concentration range	
ISO 437-1982	Steel and cast iron	not less than 0,1 % (<u>m/m</u>)	Combustion gravimetric method Combustion of a test portion at a high temperature (1 200 to 1 350°C) in a current of pure oxygen, if necessary in the presence of a flux and transformation of carbon into carbon dioxide. Absorption of the carbon dioxide carried by current of oxygen in soda asbestos contained in a weighed absorption bulb, and determination of the increase in mass.
ISO/TR 4830/1-1978	Steel	0,002 to 0,1 % (<u>m/m</u>)	Combustion manometric (low-pressure) method Combustion of a test portion at a high temperature (1 200 to 1 350°C, depending on the type of material) in a current of pure oxygen, converting the carbon to carbon dioxide. Entrainment of the carbon dioxide by the current of oxygen, elimination of oxides of sulphur and of water vapour, and separation of the carbon dioxide by solidification in a freezing trap immersed in liquid oxygen. After elimination of oxygen from the measuring system, vaporization of the carbon dioxide, by raising the temperature, into a calibrated volume which has been evacuated. Determination of the carbon content of the test portion by measuring the pressure in the volume which has previously been calibrated using known volumes of carbon dioxide.

(1) CARBONE (total)

Référence	Domaine d'application		Méthode de dosage (Principe)
		Gamme de concentration	
ISO 437-1982	Aciers et fontes	égales ou supérieures à 0,1 % (<u>m/m</u>)	Méthode gravimétrique après combustion Combustion de la prise d'essai à une température élevée (1 200 à 1 350°C) dans un courant d'oxygène pur, si nécessaire, en présence d'un fondant et transformation du carbone en dioxyde de carbone. Absorption par de l'amiante sodée contenue dans des blocs absorbeurs tarés, du dioxyde de carbone entraîné par un courant d'oxygène, et détermination de l'augmentation de masse.
ISO/TR 4830/1-1978	Acier	0,002 à 0,1 % (<u>m/m</u>)	Méthode manométrique (basse pression) après combustion Combustion d'une prise d'essai à température élevée (1 200 à 1 350°C, selon la qualité du matériau) dans un courant d'oxygène pur et transformation du carbone en dioxyde de carbone. Entrainement du dioxyde de carbone par le courant d'oxygène, élimination des oxydes de soufre et de la vapeur d'eau, puis séparation du dioxyde de carbone par solidification dans une trappe réfrigérée par immersion dans de l'oxygène liquide. Vaporisation du dioxyde de carbone, après élimination de l'oxygène du système de mesure par élévation de la température, dans une capacité de volume connu dans laquelle on a préalablement fait le vide. Déduction de la teneur en carbone de la prise d'essai de la mesure de la pression dans la capacité étalonée préalablement à l'aide de volumes connus de dioxyde de carbone.

ISO/TR 9769 : 1988 (E/F)

CARBON (total) - continue

Reference	Field of application		Method of determination (Principle)
		Concentration range	
ISO/TR 4830/II -1978	Steel	0,005 to 0,1 % (<u>m/m</u>)	Combustion titrimetric method Combustion of a test portion in an electric resistance furnace in a current of oxygen, in the presence of a fluxing agent which encourages the combustion, converting the carbon to carbon dioxide, which is absorbed in a mixture of pyridine and 2-aminoethanol or of formdimethylamide and 2-aminoethanol, and which is at the same time titrated using thymol blue as indicator. Calculation of the carbon content from the consumption of the standard volumetric solution. This solution is standardized against calcium carbonate (primary standard), which is heated to a temperature between 1 250 and 1 400°C in the same furnace.
ISO/TR 4830/III -1978	Steel	0,005 to 0,1 % (<u>m/m</u>)	Combustion conductimetric method Combustion of a test portion at a high temperature (> 1 250°C) in a current of pure oxygen, converting the carbon to carbon dioxide. Entrainment of the carbon dioxide by the current of oxygen, separation from the other volatile oxides and absorption by a dilute solution of sodium hydroxide. Deduction of the carbon content of the test portion from measurement of the variation in conductivity of the sodium hydroxide solution with respect to a reference.
ISO/TR 4830/IV -1978	Steel	0,005 to 0,1 % (<u>m/m</u>)	Combustion coulometric method Combustion of a test portion at a high temperature (> 1 250°C; see note below) in a current of pure oxygen, converting the carbon to carbon dioxide. Entrainment of the carbon dioxide by the current of oxygen, and separation from the other volatile oxides. Absorption of the carbon dioxide in a barium hydroxide solution containing

CARBONE (total) - suite

Référence	Domaine d'application		Méthode de dosage (Principe)
		Gamme de concentration	
ISO/TR 4830/II -1978	Acier	0,005 à 0,1 % (<u>m/m</u>)	Méthode titrimétrique après combustion Combustion d'une prise d'essai dans un four électrique à résistance dans un courant d'oxygène, en présence d'un fondant qui favorise la combustion. Transformation du carbone en dioxyde de carbone, qui est absorbé dans un mélange de pyridine et d'amino-1 éthanol-2, et qui est en même temps titré en présence de bleu de thymol comme indicateur. Calcul de la teneur en carbone à partir de la consommation en solution titrée. Cette solution est étalonnée par rapport à du carbonate de calcium (étalon primaire), qui est chauffé à une température comprise entre 1 250 et 1 400°C dans le même four à tube de combustion.
ISO/TR 4830/III -1978	Acier	0,005 à 0,1 % (<u>m/m</u>)	Méthode conductimétrique après combustion Combustion d'une prise d'essai à température élevée (> 1 250°C) dans un courant d'oxygène pur et transformation du carbone en dioxyde de carbone. Entrainement du dioxyde de carbone par le courant d'oxygène, séparation du dioxyde de carbone des autres oxydes volatils et absorption du dioxyde de carbone par une solution diluée d'hydroxyde de sodium. Déduction de la teneur en carbone de la prise d'essai de la mesure de la variation de conductivité de la solution d'hydroxyde de sodium par rapport à une référence.
ISO/TR 4830/IV -1978	Acier	0,005 à 0,1 % (<u>m/m</u>)	Méthode coulométrique après combustion Combustion d'une prise d'essai à température élevée (> 1 250°C; voir la note) dans un courant d'oxygène pur et transformation du carbone en dioxyde de carbone. Entrainement du dioxyde de carbone par le courant d'oxygène et séparation du dioxyde de carbone des autres

CARBON (total) - continue

Reference	Field of application		Method of determination (Principle)
		Concentration range	
			barium perchlorate : during the absorption, re-establishment of the initial barium hydroxide concentration by electrolysis of the barium perchlorate, the variation in the pH of the solution being followed by a pH meter. Measurement of the quantity of electricity required for re-establishment of the initial pH, in order to deduce the quantity of barium hydroxide formed and hence the quantity of carbon dioxide neutralized. The pH of the absorbing solution must always be equal to or greater than 9,0. NOTE - Certain types of apparatus are incapable of obtaining the temperature of 1 250°C necessary to comply with the requirements of this Technical Report.

CARBONE (total) - suite

Référence	Domaine d'application		Méthode de dosage (Principe)
		Gamme de concentration	
			oxydes volatils. Absorption du dioxyde de carbone dans une solution d'hydroxyde de baryum contenant du perchlorate de baryum : au cours de l'absorption, rétablissement de la concentration initiale en hydroxyde de baryum par électrolyse du perchlorate de baryum, la variation du pH étant suivie à l'aide d'un pH-mètre. Mesurage de la quantité d'électricité nécessaire au rétablissement du pH initial, permettant de connaître la quantité d'hydroxyde de baryum formée, donc la quantité de dioxyde de carbone neutralisée. Le pH de la solution absorbante doit toujours être maintenu égal ou supérieur à 9,0. NOTE - Certains types d'appareils sont incapables d'obtenir la température de 1 250°C nécessaire pour satisfaire aux exigences de la présente partie du rapport technique.

ISO/TR 9769 : 1988 (E/F)

(2) CHROMIUM

Reference	Field of application		Method of determination (Principle)
		Concentration range	
ISO 4936-1984	Steel and cast iron	0,01 to 0,25 % (<u>m/m</u>)	Diphenylcarbazide spectrophotometric method Dissolution of a test portion in nitric and perchloric acids. Oxidation of chromium in a phosphoric perchloric medium by potassium permanganate. Oxidation of diphenylcarbazide by chromium(VI). Spectrophotometric measurement of the oxidized form of diphenylcarbazide at a wavelength of about 540 nm.
ISO 4937-1986	Steel and iron	0,25 to 35 % (<u>m/m</u>)	Potentiometric or visual titration method Dissolution of a test portion with appropriate acids. Oxidation of chromium in an acid medium to chromium(VI) by ammonium peroxydisulfate in the presence of silver sulfate. Reduction of manganese(VII) by hydrochloric acid. Reduction of chromium(VI) by ammonium iron(II) sulfate standard solution. In the case of potentiometric detection, determination of the equivalence point by measurement of the potential variation when the ammonium iron(II) sulfate standard solution is being added. In the case of visual detection, titration of the excess ammonium iron(II) sulfate by potassium permanganate standard solution which also acts as the indicator. Precision : see annex A (informative). A.1 - Potentiometric titration A.2 - Visual titration

(2) CHROME

Référence	Domaine d'application		Méthode de dosage (Principe)
		Gamme de concentration	
ISO 4936-1984	Aciers et fontes	0,01 à 0,25 % (<u>m/m</u>)	Méthode spectrophotométrique à la diphenylcarbazide Mise en solution d'une prise d'essai par les acides nitrique et perchlorique. Oxydation du chrome en milieu perchlorique phosphorique par le permanganate de potassium. Oxydation de la diphenylcarbazide par le chrome(VI). Mesurage spectrophotométrique de la forme oxydée de la diphenylcarbazide à une longueur d'onde d'environ 540 nm.
ISO 4937-1986	Aciers et fontes	0,25 à 35 % (<u>m/m</u>)	Méthode par titrage potentiométrique ou visuel Mise en solution d'une prise d'essai par les acides appropriés. Oxydation du chrome en milieu acide en chrome(VI) par le peroxydisulfate d'ammonium en présence de sulfate d'argent. Réduction du manganèse(VII) par l'acide chlorhydrique. Réduction du chrome(VI) à l'aide de la solution étalon de sulfate de fer(II) et d'ammonium. Dans le cas de la détection potentiométrique, détermination du point équivalent par mesure de la variation de potentiel pendant l'ajout de la solution étalon de sulfate de fer(II) et d'ammonium. Dans le cas de la détection visuelle, dosage de l'excès de sulfate de fer(II) et d'ammonium par une solution étalon de permanganate de potassium se comportant aussi comme indicateur. Fidélité : voir l'annexe A (informative) A.1 - Titrage potentiométrique A.2 - Titrage visuel

(3) COPPER

Reference	Field of application		Method of determination (Principle)
		Concentration range	
ISO 4943-1985	Steel and cast iron	0,004 to 0,5 % (<u>m/m</u>)	Flame atomic absorption spectrometric method Dissolution of a test portion in a mixture of hydrochloric, nitric and perchloric acids. Spraying of the solution into an air-acetylene flame. Spectrometric measurement of the atomic absorption of the 324,7 nm spectral line emitted by a copper hollow cathode lamp. Precision : see annex A (informative) A.3
ISO 4946-1984	Steel and cast iron	0,02 to 5 % (<u>m/m</u>)	2,2'-Diquinolyl spectrophotometric method Dissolution of a test portion with appropriate acids. Fuming with perchloric acid to remove hydrochloric and nitric acids and dehydrate silicic acid. Reduction of copper(II) to copper(I) in hydrochloric acid solution by means of ascorbic acid. Formation of a coloured compound of copper(I) with 2,2'-diquinolyl. Spectrophotometric measurement at a wavelength of about 545 nm. Precision : see annex A (informative) A.4

(3) CUIVRE

Référence	Domaine d'application		Méthode de dosage (Principe)
		Gamme de concentration	
ISO 4943-1985	Aciers et fontes	0,004 à 0,5 % (<u>m/m</u>)	Méthode par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme Mise en solution d'une prise d'essai dans les acides chlorhydrique, nitrique et perchlorique. Pulvérisation de la solution dans une flamme air-acétylène. Mesurage spectrométrique d'absorption atomique à la longueur d'onde de 324,7 nm de la raie spectrale émise par la lampe à cathode creuse au cuivre. Fidélité : voir l'annexe A (informative) A.3
ISO 4946-1984	Aciers et fontes	0,02 à 5 % (<u>m/m</u>)	Méthode spectrophotométrique au 2,2'-biquinolyle Mise en solution d'une prise d'essai dans les acides appropriés. Traitement par de l'acide perchlorique afin d'éliminer les acides chlorhydrique et nitrique et de déshydrater l'acide silicique. Réduction du cuivre(II) en cuivre(I) dans une solution d'acide chlorhydrique au moyen d'acide ascorbique. Formation d'un composé coloré du cuivre(I) avec le 2,2'-biquinolyle. Mesurage spectrophotométrique à une longueur d'onde d'environ 545 nm. Fidélité : voir l'annexe A (informative) A.4

(4) MANGANESE

Reference	Field of application		Method of determination (Principle)
		Concentration range	
ISO 629-1982	Steel and cast iron	0,01 to 4 % (<u>m/m</u>)	Spectrophotometric method Dissolution of a test portion in sulphuric-phosphoric acid mixture and nitric acid. Treatment of the test solution with perchloric acid. Formation of the permanganate ion by sodium periodate. Spectrophotometric measurement of the test solution at wavelength of about 545 nm.

(4) MANGANESE

Référence	Domaine d'application		Méthode de dosage (Principe)
		Gamme de concentration	
ISO 629-1982	Aciers et fontes	0,01 à 4 % (<u>m/m</u>)	Méthode spectrophotométrique Mise en solution d'une prise d'essai dans un mélange sulfophosphorique et d'acide nitrique. Traitement de la solution d'essai avec l'acide perchlorique. Formation d'un ion permanganate par le periodate de sodium. Mesurage spectrophotométrique de la solution d'essai à une longueur d'onde voisine de 545 nm.

(5) MOLYBDENUM

Reference	Field of application		Method of determination (Principle)
		Concentration range	
ISO 4941-1978	Steel and cast iron	0,003 to 9 % (m/m)	Photometric method Dissolution of a test portion in an appropriate mixture of acids and decomposition of the carbides by oxidation. Quantitative formation of a coloured compound of molybdenum, in the presence of thiocyanate, iron(II) and/or copper(II) ions and extraction of this compound using n-butyl acetate. Photometric measurement of the coloured compound at a wavelength of about 470 nm. Vanadium and tungsten interfere with the measurement if, because of their contents, the V/Mo ratio is greater than 16 or the W/Mo ratio is greater than 8. NOTE - Greater V/Mo or W/Mo ratios (up to 300) may, however, be permitted, but in such cases it is necessary to carry out the measurement very quickly after the extraction. NOTE - When the conditions of the procedure are respected, the coefficient of molecular absorption is $18\,930 \pm 60$.

(5) MOLYBDENE

Référence	Domaine d'application		Méthode de dosage (Principe)
		Gamme de concentration	
ISO 4941-1978	Aciers et fontes	0,003 à 9 % (m/m)	Méthode photométrique Mise en solution d'une prise d'essai par un mélange approprié d'acides et décomposition des carbures par oxydation. Formation quantitative d'un composé coloré du molybdène, en présence de thiocyanate, d'ions fer(II) et/ou cuivre(II) et extraction de ce composé à l'aide d'acétate de n-butyle. Mesurage photométrique du composé coloré à une longueur d'onde aux environs de 470 nm. Le vanadium et le tungstène perturbent le mesurage si, du fait de leurs teneurs, le rapport massique V/Mo est supérieur à 16 ou W/Mo est supérieur à 8. NOTE - Toutefois, on peut admettre des rapports V/Mo ou W/Mo supérieurs (jusqu'à 300); mais alors il faut effectuer le mesurage très rapidement après l'extraction. NOTE - Lorsque les conditions du mode opératoire sont respectées, le coefficient d'absorption molaire est de $18\,930 \pm 60$.

(6) NICKEL

Reference	Field of application		Method of determination (Principle)
		Concentration range	
ISO/DIS 4938	Steel and cast iron	0,5 to 30 % (<u>m/m</u>)	Gravimetric or titrimetric method Dissolution of a test portion with appropriate acids. Precipitation as nickel dimethylglyoxime - cobalt, if present, is oxidized by potassium hexacyanoferrate(III); - copper, if present with cobalt, preferably is removed by controlled potential electrolysis. Acid dissolution of the precipitate and filter followed by second precipitation as nickel dimethylglyoxime. In the case of gravimetric finish, measurement of the dried nickel dimethylglyoxime precipitate. In the case of titrimetric finish, after acid dissolution of the precipitate and back titration of EDTA.Na₂ solution by zinc standard solution using xylenol orange as an indicator. Precision : see annex A (informative) A.5 - Gravimetric finish A.6 - Titrimetric finish
ISO 4939-1984	Steel and cast iron	0,10 to 4 % (<u>m/m</u>)	Dimethylglyoxime spectrophotometric method Dissolution of a test portion in hydrochloric, nitric and perchloric acids. Formation of a coloured complex of nickel(III) with dimethylglyoxime in ammoniacal solution containing iodine and potassium iodide.

(6) NICKEL

Référence	Domaine d'application		Méthode de dosage (Principe)
		Gamme de concentration	
ISO/DIS 4938	Aciers et fontes	0,5 à 30 % (<u>m/m</u>)	Méthode gravimétrique ou titrimétrique Mise en solution d'une prise d'essai dans les acides appropriés. Précipitation à l'état de nickel-diméthylglyoxime - le cobalt éventuellement présent est oxydé par l'hexacyanoferrate(III) de potassium; - le cuivre éventuellement présent avec le cobalt doit de préférence être éliminé par électrolyse sous potentiel contrôlé. Mise en solution acide du précipité et filtration suivie d'une seconde précipitation du nickel à l'état de nickel-diméthylglyoxime. En cas de mesure gravimétrique, mesurage du précipité séché de nickel-diméthylglyoxime. En cas de mesure titrimétrique, titrage titrimétrique en retour de la solution d'EDTA.Na₂ par la solution étalon des zinc en présence de xylénol orange comme indicateur après mise en solution acide du précipité. Fidélité : voir l'annexe A (informative) A.5 - Mesure gravimétrique A.6 - Mesure titrimétrique
ISO 4939-1984	Aciers et fontes	0,10 à 4 % (<u>m/m</u>)	Méthode spectrophotométrique à la diméthylglyoxime Mise en solution d'une prise d'essai dans les acides chlorhydrique, nitrique et perchlorique. Formation d'un complexe coloré du nickel(III) avec la diméthylglyoxime dans une solution ammoniacale contenant de l'iode et de l'iodure de potassium.

NICKEL - continue

Reference	Field of application		Method of determination (Principle)
		Concentration range	
ISO 4940-1985	Steel and cast iron	0,002 to 0,5 % (<u>m/m</u>)	Spectrophotometric measurement at a wavelength of about 535 nm. Cobalt, copper and manganese may cause interferences. Precision : see annex A (informative) A.7 Flame atomic absorption spectrometric method Dissolution of a test portion in a mixture of appropriate acids followed by evaporation to fuming with perchloric acid. Spraying of the solution into an air-acetylene flame. Spectrometric measurement of the atomic absorption of the 352,5 nm spectral line emitted by a nickel hollow cathode lamp. NOTE - With some instruments it is not possible to obtain sufficient sensitivity at the wavelength of 352,5 nm for low concentrations of nickel near the bottom end of the application range and in such cases the alternative wavelength of 232,0 nm must be used. At the wavelength of 352,5 nm, the signal-to-noise ratio is higher than at a wavelength of 232,0 nm. In general, use of the 352,5 nm line will give better reproducibility. Precision : see annex A (informative) A.8

NICKEL (suite)

Référence	Domaine d'application		Méthode de dosage (Principe)
		Gamme de concentration	
ISO 4940-1985	Aciers et fontes	0,002 à 0,5 % (<u>m/m</u>)	Mesurage spectrophotométrique à une longueur d'onde d'environ 535 nm. Fidélité : voir l'annexe A (informative) A.7 Méthode par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme Mise en solution d'une prise d'essai dans un mélange d'acides appropriés, suivie d'une évaporation jusqu'à fumées perchloriques. Pulvérisation de la solution dans une flamme air-acétylène. Mesurage spectrométrique d'absorption atomique à la longueur d'onde de 352,5 nm de la raie spectrale émise par la lampe à cathode creuse au nickel. NOTE - Il n'est pas possible pour certains instruments d'obtenir une sensibilité suffisante à la longueur d'onde de 352,5 nm pour les concentrations faibles de nickel au bas du domaine d'application et, dans ce cas, la longueur d'onde de 232,0 nm doit être utilisée. A la longueur d'onde de 352,5 nm, le taux du signal par rapport au bruit est plus fort qu'à la longueur de 232,0 nm. En général, l'utilisation de la raie de 352,5 nm donnera une meilleure reproductibilité. Fidélité : voir l'annexe A (informative) A.8

(7) NIOBIUM

Reference	Field of application		Method of determination (Principle)
		Concentration range	
ISO/DIS 9441	Steel	0,005 to 1,3 % (<u>m/m</u>)	PAR spectrophotometric method Dissolution of a test portion with hydrochloric acid followed by oxidation with hydrogen peroxide. Precipitation of niobium and tantalum with phenylarsonic acid using zirconium as a carrier. Formation of a complex of niobium with 4-(2-pyridylazo)-resorcinol (PAR) in a buffered sodium tartrate medium. Spectrophotometric measurement of the coloured compound at a wavelength of 550 nm. Precision : see annex A (informative) A.9

(7) NIOBIUM

Référence	Domaine d'application		Méthode de dosage (Principe)
		Gamme de concentration	
ISO/DIS 9441	Aciers	0,005 à 1,3 % (<u>m/m</u>)	Méthode spectrophotométrique au PAR Mise en solution d'une prise d'essai par de l'acide chlorhydrique, suivie d'une oxydation par le peroxyde d'hydrogène. Précipitation du niobium et du tantale par l'acide phénylarsonique, en employant du zirconium comme porteur. Formation d'un complexe du niobium et du (pyridylazo-2)-4 résorcinol (PAR) en milieu tampon de tartrate de sodium. Mesurage spectrophotométrique du composé coloré à la longueur d'onde de 550 nm. Fidélité : voir l'annexe A (informative) A.9

(8) NITROGEN

Reference	Field of application		Method of determination (Principle)
		Concentration range	
ISO 4945-1977	Steel	0,002 to 0,050 % (m/m)	Spectrophotometric method Dissolution of a test portion in dilute sulphuric acid. After concentration, progressive increasing of the temperature to above 300°C. Separation of ammonia from the ammonium salt formed, by displacement and distillation in a boiling sodium hydroxide medium and collecting in an acid medium. At ambient temperature, formation of a blue-coloured complex between the ammonium ions and phenol in the presence of sodium hypochlorite and sodium pentacyanonitrosylferrate(II) (sodium nitroprusside). Spectrophotometric measurement of the complex at a wavelength of about 640 nm. This method allows the determination only of the nitrogen content which can be converted to an ammonium salt. The method is applicable to non-alloy and low-alloy steels containing less than 0,6 % (m/m) of silicon.

(8) AZOTE

Référence	Domaine d'application		Méthode de dosage (Principe)
		Gamme de concentration	
ISO 4945-1977	Acier	0,002 à 0,050 % (m/m)	Méthode spectrophotométrique Mise en solution de la prise d'essai par de l'acide sulfurique dilué. Après concentration, augmentation progressive de la température jusqu'à une température supérieure à 300°C. Séparation de l'ammoniac du sel d'ammonium formé, par déplacement et distillation en milieu sodique bouillant, et récolte en milieu acide. A la température ordinaire, formation d'un complexe de teinte bleue entre les ions ammonium et le phénol en présence d'hypochlorite de sodium et de pentacyanonitrosylferrate(II) de sodium (nitroprussiate de sodium). Mesurage spectrophotométrique du complexe à une longueur d'onde aux environs de 640 nm. Cette méthode ne permet que le dosage de l'azote transformable en sel d'ammonium. La méthode est applicable aux aciers non alliés et aux aciers faiblement alliés contenant moins de 0,6 % (m/m) de silicium.

(9) PHOSPHORUS

Reference	Field of application		Method of determination (Principle)
		Concentration range	
ISO 2732-1984	Steel and cast iron	0,005 to 1,5 % (<u>m/m</u>)	Phosphovanadomolybdate spectrophotometric method Dissolution of a test portion in an oxidizing acid mixture. Conversion of phosphorus to phosphovanadomolybdate in perchloric-nitric acid solution. Extraction of phosphovanadomolybdate into 4-methyl-2-pentanone with citric acid present to complex arsenic. Spectrophotometric measurement at a wavelength of about 425 nm. The method is applicable to phosphorus contents between 0,005 and 1,5 % (<u>m/m</u>), provided that tungsten, niobium, tantalum and zirconium contents are not higher than 1 % (<u>m/m</u>) for each of these four elements and titanium content is not higher than 2 % (<u>m/m</u>).

(9) PHOSPHORE

Référence	Domaine d'application		Méthode de dosage (Principe)
		Gamme de concentration	
ISO 2732-1984	Aciers et fontes	0,005 à 1,5 % (<u>m/m</u>)	Méthode spectrophotométrique au phosphovanadomolybdate Dissolution d'une prise d'essai dans un mélange acide oxydant. Transformation du phosphore en phosphovanadomolybdate dans une solution d'acides nitrique et perchlorique. Extraction du phosphovanadomolybdate dans de la méthyl-4-pentanone-2, en présence d'acide citrique (pour complexer l'arsenic). Mesurage spectrophotométrique à une longueur d'onde d'environ 425 nm. La méthode est applicable à des teneurs en phosphore comprises entre 0,005 et 1,5 % (<u>m/m</u>), à condition que les teneurs en tungstène, niobium, tantale et zirconium ne dépassent pas 1 % (<u>m/m</u>) pour chacun de ces quatre éléments et les teneurs en titane ne dépassent pas 2 % (<u>m/m</u>).

Reference	Field of application		Method of determination (Principle)
		Concentration range	
ISO 439-1982	Steel and cast iron	0,10 to 8,0 % (<u>m/m</u>)	Gravimetric method Dissolution of a test portion in hydrochloric and nitric acids. Conversion of silica into hydrated silica by fuming with perchloric acid. Filtration of the hydrated silica, ignition of the impure silica and then weighing. Treatment of the ignited residue with hydrofluoric and sulphuric acids, followed by ignition and weighing.
ISO 4829/1-1986	Steel and cast iron	0,05 to 1,0 % (<u>m/m</u>)	Reduced molybdosilicate spectrophotometric method Dissolution of a test portion in an acid mixture appropriate to the alloy composition. Fusion of the acid insoluble residue with sodium peroxide. Formation of the oxidized molybdosilicate (yellow) in weak acid solution. Selective reduction of the molybdosilicate complex to reduced blue complex with ascorbic acid, after increasing the sulfuric acid concentration and adding oxalic acid to prevent the interference of phosphorus, arsenic and vanadium. Spectrophotometric measurement of the reduced blue complex at a wavelength of about 810 nm. Precision : see annex A (informative) A.10
ISO/DIS 4829/2	Steel and iron	0,01 to 0,05 % (<u>m/m</u>)	Reduced molybdosilicate spectrophotometric method Dissolution of a test portion in hydrochloric acid/nitric acid mixture. Fusion of the acid-insoluble residue with sodium peroxide.

(10) SILICIUM (total)

Référence	Domaine d'application		Méthode de dosage (Principe)
		Gamme de concentration	
ISO 439-1982	Aciers et fontes	0,10 à 8,0 % (<u>m/m</u>)	Méthode gravimétrique Mise en solution d'une prise d'essai dans les acides chlorhydrique et nitrique. Transformation de la silice en silice hydratée par évaporation à fumées blanches de l'acide perchlorique. Filtration de la silice hydratée, calcination de la silice impure et pesée. Traitement du résidu calciné par les acides fluorhydrique et sulfurique, suivi de calcination et pesée.
ISO 4829/1-1986	Aciers et fontes	0,05 à 1,0 % (<u>m/m</u>)	Méthode spectrophotométrique au molybdosilicate réduit Dissolution d'une prise d'essai dans un mélange d'acide approprié à la composition de l'alliage. Fusion du résidu insoluble dans l'acide par le peroxyde de sodium. Formation du molybdosilicate oxydé (jaune) dans une solution d'acide faible. Réduction sélective du complexe de molybdosilicate en un complexe réduit coloré en bleu par une solution d'acide ascorbique, après augmentation de la concentration d'acide sulfurique et addition d'acide oxalique afin d'éliminer l'interférence du phosphore, de l'arsenic et du vanadium. Mesurage spectrophotométrique du complexe réduit coloré en bleu à une longueur d'onde aux environs de 810 nm. Fidélité : voir l'annexe A (informative) A.10
ISO/DIS 4829/2	Aciers et fontes	0,01 à 0,05 % (<u>m/m</u>)	Méthode spectrophotométrique au molybdosilicate réduit Dissolution d'une prise d'essai dans un mélange d'acide chlorhydrique/acide nitrique.

SILICON (total) - continue

Reference	Field of application		Method of determination (Principle)
		Concentration range	
			Formation of the oxidized molybdosilicate (yellow) complex in weak acid solution. Selective reduction of the molybdosilicate complex to reduced blue complex with ascorbic acid, after increasing the sulfuric acid concentration and adding oxalic acid to prevent the interference of phosphorus, arsenic and vanadium. Spectrophotometric measurement of the reduced blue complex at a wavelength of about 810 nm. Precision : Repeatability (r); 0,004 % (m/m) Within-laboratory reproducibility (R_w); 0,005 % (m/m) Reproducibility (R); 0,006 % (m/m)

SILICIUM (total) - suite

Référence	Domaine d'application		Méthode de dosage (Principe)
		Gamme de concentration	
			Fusion du résidu insoluble dans l'acide par le peroxyde de sodium. Formation du complexe de molybdosilicate oxydé (jaune) dans une solution d'acidité faible. Réduction sélective du complexe de molybdosilicate en un complexe réduit coloré en bleu par une solution d'acide ascorbique, après augmentation de la concentration d'acide sulfurique et addition d'acide oxalique afin d'éliminer l'interférence du phosphore, de l'arsenic et du vanadium. Mesurage spectrophotométrique du complexe réduit coloré en bleu à une longueur d'onde aux environs de 810 nm. Fidélité : Répétabilité (r); 0,004 % (m/m) Reproductibilité intra-laboratoire (R_w); 0,005 % (m/m) Reproductibilité (R); 0,006 % (m/m)

(11) SULFUR

Reference	Field of application		Method of determination (Principle)
		Concentration range	
ISO 671-1982	Steel and cast iron	—	Combustion titrimetric method Combustion of a test portion at a high temperature (1 450°C) in a current of pure oxygen, if necessary in the presence of a metal flux. Transformation of sulphur into sulphur dioxide. Absorption of the gases resulting from combustion, freed from oxide dust, by a solution of potassium sulphate and hydrogen peroxide. Titration of the absorbent solution with a standard sodium borate solution.
ISO 4934-1980	Steel and cast iron	greater than 0,003 % (m/m)	Gravimetric method Dissolution of a test portion in dilute nitric acid in the presence of bromine, or in dilute nitric acid and concentrated hydrochloric acid in the presence of bromine (with the aid of an appropriate device to prevent sulphur losses). Addition of hydrofluoric acid and perchloric acid and evaporation of the solution until white fumes of perchloric acid are evolved. If necessary, volatilization of chromium as chromyl chloride. Chromatographic separation of the sulphate ions in an alumina column and elution with ammonium hydroxide solution. Precipitation of the sulphate ions as barium sulphate under carefully controlled conditions and filtering, washing, heating and weighing. The method is not applicable to steel containing selenium

(11) SOUFRE

Référence	Domaine d'application		Méthode de dosage (Principe)
		Gamme de concentration	
ISO 671-1982	Aciers et fontes	—	Méthode titrimétrique après combustion Combustion d'une prise d'essai à une température élevée (1 450°C) dans un courant d'oxygène pur, si nécessaire, en présence d'un fondant métallique. Transformation du soufre en dioxyde de soufre. Absorption des gaz provenant de la combustion, débarrassés des poussières d'oxydes, par une solution de sulfate de potassium et de peroxyde d'hydrogène. Titration de la solution absorbante au moyen d'une solution étalon de borate de sodium.
ISO 4934-1980	Aciers et fontes	supérieure à 0,003 % (m/m)	Méthode gravimétrique Mise en solution d'une prise d'essai dans l'acide nitrique dilué en présence de brome, ou dans l'acide nitrique dilué et l'acide chlorhydrique concentré en présence de brome (en utilisant un dispositif approprié pour empêcher des pertes de soufre). Addition d'acide fluorhydrique et d'acide perchlorique et évaporation de la solution jusqu'à dégagement de fumées blanches d'acide perchlorique. Si nécessaire, volatilisation du chrome sous forme de chlorure de chromyle. Séparation chromatographique des ions sulfates à travers une colonne d'oxyde d'aluminium et élution par une solution d'hydroxyde d'ammonium. Précipitation des ions sulfate sous forme de sulfate de baryum dans des conditions soigneusement contrôlées, et filtration, lavage, chauffage et pesée. La méthode n'est pas applicable aux aciers contenant du sélénium

(12) VANADIUM

Reference	Field of application		Method of determination (Principle)
		Concentration range	
ISO/DIS 4942	Steel and iron	0,005 to 0,50 % (<u>m/m</u>)	N-BPHA spectrophotometric method Dissolution of a test portion with appropriate acids. Addition of orthophosphoric acid to an aliquot to prevent the interference of iron and addition of potassium permanganate to oxidize vanadium to the pentavalent state. Selective reduction of excess permanganate by sodium nitrite in the presence of urea and treatment with N-BPHA and hydrochloric acid to form a complex followed by extraction of the complex into trichloromethane. Spectrophotometric measurement of the absorbance at approximately 535 nm. Precision : see annex A (informative) A.11
ISO 4947-1986	Steel and cast iron	0,04 to 2 % (<u>m/m</u>)	Potentiometric titration method Dissolution of a test portion with appropriate acids. Addition of hydrofluoric acid to keep tungsten in solution. Oxidation of chromium and vanadium by potassium peroxydisulfate. Partial oxidation of chromium. The steps for the method of controlling the potential of the solution: - Reduction of chromium(VI) and vanadium(V) by ammonium iron(II) sulfate.

(12) VANADIUM

Référence	Domaine d'application		Méthode de dosage (Principe)
		Gamme de concentration	
ISO/DIS 4942	Aciers et fontes	0,005 à 0,50 % (<u>m/m</u>)	Méthode spectrophotométrique au N-BPHA Mise en solution d'une prise d'essai dans les acides appropriés. Addition de l'acide orthophosphorique à une partie aliquote afin d'éliminer l'interférence du fer et addition du permanganate de potassium afin d'oxyder le vanadium à l'état pentavalent. Réduction sélective du permanganate en excès par le nitrite de sodium en présence d'urée et traitement par le N-BPHA et l'acide chlorhydrique pour former un complexe, suivi de l'extraction du complexe par le trichlorométhane. Mesurage spectrophotométrique de l'absorbance à une longueur d'onde de 535 nm environ. Fidélité : voir l'annexe A (informative) A.11
ISO 4947-1986	Aciers et fontes	0,04 à 2 % (<u>m/m</u>)	Méthode par titrage potentiométrique Mise en solution d'une prise d'essai par les acides appropriés. Addition d'acide fluorhydrique pour maintenir le tungstène en solution. Oxydation du chrome et du vanadium par le peroxydisulfate de potassium. Oxydation partielle du chrome. Tout en contrôlant le potentiel de la solution, on procède successivement - à la réduction du chrome(VI) et du vanadium(V) par la solution de sulfate de fer(II) et d'ammonium.

VANADIUM - continue

Reference	Field of application		Method of determination (Principle)
		Concentration range	
			- Oxidation of vanadium by slight excess of potassium permanganate. Reduction of the excess permanganate by sodium nitrite and reduction of the excess sodium nitrite by sulfamic acid. Potentiometric titration of vanadium by ammonium iron(II) sulfate standard solution. Precision : see annex A (informative) A.12

VANADIUM - suite

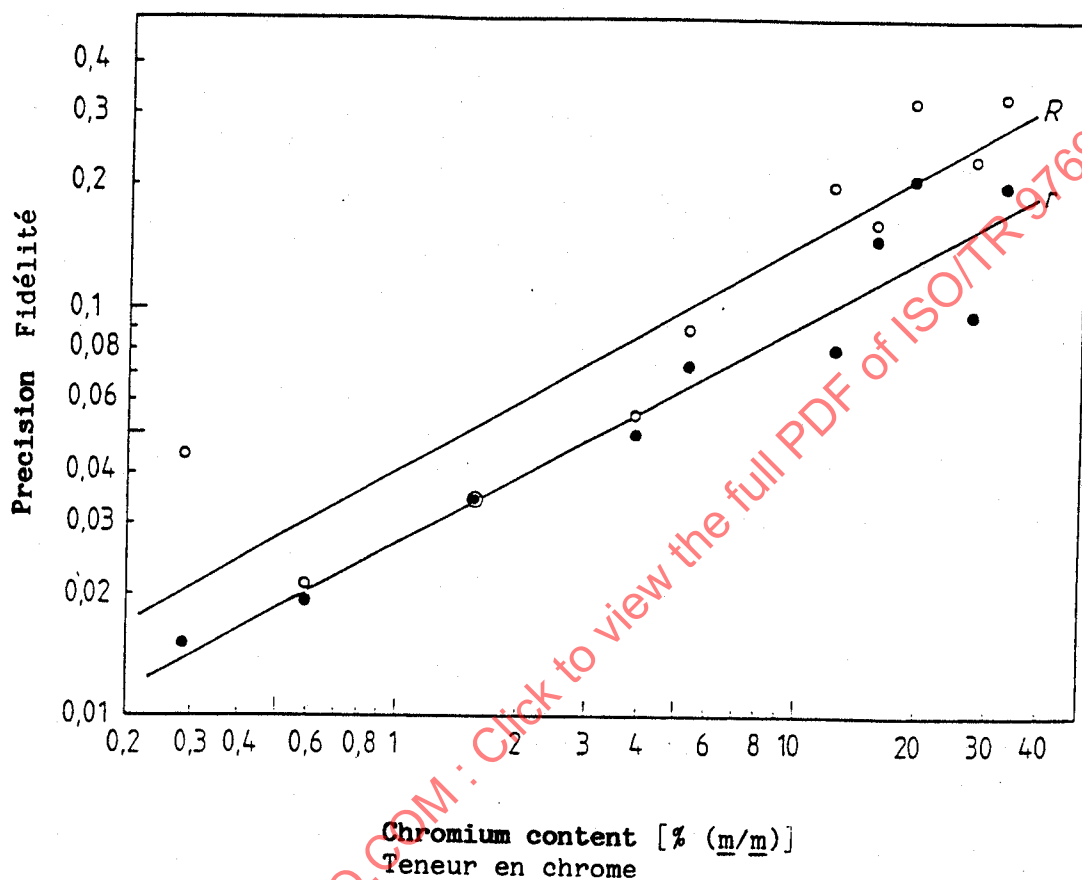
Référence	Domaine d'application		Méthode de dosage (Principe)
		Gamme de concentration	
			- à l'oxydation du vanadium par un léger excès de permanganate de potassium; l'excès de permanganate de potassium est réduit par le nitrite de sodium dont l'excès est détruit par l'acide sulfamique. Titrage potentiométrique du vanadium à l'aide d'une solution étalon de sulfate de fer(II) et d'ammonium. Fidélité : voir l'annexe A (informative) A.12

Informative annex A
Annexe informative A

PRECISION FIDELITE

- A1 Chromium - Potentiometric titration method**
Chrome - Méthode par titrage potentiométrique
- A2 Chromium - Visual titration method**
Chrome - Méthode par titrage visuel
- A3 Copper - Flame atomic absorption spectrometric method**
Cuivre - Méthode par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme
- A4 Copper - 2,2'-Diquinolyl spectrophotometric method**
Cuivre - Méthode spectrophotométrique au 2,2'-biquinolyle
- A5 Nickel - Gravimetric method**
Nickel - Méthode gravimétrique
- A6 Nickel - Titrimetric method**
Nickel - Méthode titrimétrique
- A7 Nickel - Dimethylglyoxime spectrophotometric method**
Nickel - Méthode spectrophotométrique à la dimethylglyoxime
- A8 Nickel - Flame atomic absorption spectrometric method**
Nickel - Méthode par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme
- A9 Niobium - PAR spectrophotometric method**
Niobium - Méthode spectrophotométrique au PAR
- A10 Silicon - Reduced molybdosilicate spectrophotometric method - Part 1 :
Silicon contents between 0,05 and 1,0 %**
Silicium - Méthode spectrophotométrique au molybdosilicate réduit -
Partie 1 : Teneurs en silicium entre 0,05 et 1,0 %
- A11 Vanadium - N-BPHA spectrophotometric method**
Vanadium - Méthode spectrophotométrique au N-BPHA
- A12 Vanadium - Potentiometric titration method**
Vanadium - Méthode par titrage potentiométrique

A1 Precision for determination of chromium content - Potentiometric titration method
Fidélité pour le dosage du chrome - Méthode par titrage potentiométrique



R : reproducibility
reproductibilité

r : repeatability
répétabilité

A2 Precision for determination of chromium content - Visual titration method
Fidélité pour le dosage du chrome - Méthode par titrage visuel

