
Norme internationale



4742

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

Alliages de cuivre — Dosage du nickel — Méthode gravimétrique

Copper alloys — Determination of nickel content — Gravimetric method

Première édition — 1984-03-15

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 4742:1984](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/14152f43-36da-40d8-b714-f97bc6493cb1/iso-4742-1984)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/14152f43-36da-40d8-b714-f97bc6493cb1/iso-4742-1984>

CDU 669.35 : 543.21 : 546.74

Réf. n° : ISO 4742-1984 (F)

Descripteurs : cuivre, alliage de cuivre, analyse chimique, dosage, nickel, méthode gravimétrique.

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 4742 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 26, *Cuivre et alliages de cuivre*, et a été soumise aux comités membres en décembre 1981.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

Afrique du Sud, Rép. d'	Corée, Rép. dém. p. de	Pays-Bas
Allemagne, R.F.	Égypte, Rép. arabe d'	Pologne
Australie	Espagne	Roumanie
Autriche	France	Suède
Belgique	Hongrie	Suisse
Bulgarie	Inde	Tchécoslovaquie
Canada	Italie	Turquie
Chine	Japon	URSS
Corée, Rép. de	Norvège	USA

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

Alliages de cuivre — Dosage du nickel — Méthode gravimétrique

AVERTISSEMENT : Tout au long de l'utilisation de la présente Norme internationale, observer les précautions d'usage concernant la manipulation de l'acide perchlorique en laboratoire.

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode gravimétrique de dosage du nickel dans tous les alliages de cuivre mentionnés dans les Normes internationales.

La méthode est applicable au dosage de teneurs en nickel comprises entre 2 et 50 % (*m/m*).

2 Référence

ISO 1554, *Alliages de cuivre corroyés et moulés — Dosage du cuivre — Méthode électrolytique.*

3 Principe

Mise en solution de la prise d'essai par l'acide nitrique et élimination de l'étain ou du silicium éventuellement présent. Séparation du cuivre par électrolyse et précipitation du nickel dans l'électrolysat exempt de cuivre par le sel sodique de la diméthylglyoxime en présence d'acide citrique. Séparation du précipité par filtration.

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 Acide nitrique, ρ 1,40 g/ml.

4.2 Acide perchlorique, ρ 1,67 g/ml.

4.3 Acide bromhydrique, ρ 1,38 g/ml.

4.4 Solution aqueuse d'ammoniaque, ρ 0,925 g/ml.

4.5 Acide nitrique, solution 1 + 1.

Diluer 100 ml d'acide nitrique (4.1) avec 100 ml d'eau.

4.6 Acide sulfamique, solution à 100 g/l.

4.7 Acide citrique, solution à 250 g/l.

4.8 Diméthylglyoximate de sodium, solution à 25,9 g/l.

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Bêchers à électrolyse, de capacité de 300 à 400 ml.

5.2 Dispositif pour électrolyse, comprenant une source de courant et des électrodes en platine, tel que spécifié dans l'ISO 1554.

5.3 Creuset filtrant, en verre fritté, diamètre des pores de 16 à 40 μm .

6 Mode opératoire

6.1 Prise d'essai

6.1.1 Teneurs en nickel comprises entre 2 et 4,25 % (*m/m*)

Peser, à 0,000 1 g près, environ 2 g de l'échantillon à analyser. La teneur en nickel de la prise d'essai sera de 40 à 85 mg.

6.1.2 Teneurs en nickel comprises entre 4 et 8,5 % (*m/m*)

Peser, à 0,000 1 g près, environ 1 g de l'échantillon à analyser. La teneur en nickel de la prise d'essai sera de 40 à 85 mg.

6.1.3 Teneurs en nickel comprises entre 8 et 50 % (*m/m*)

Peser, à 0,000 1 g près, entre 0,25 et 1 g de l'échantillon à analyser, afin que la teneur en nickel de la prise d'essai se situe entre 80 et 125 mg.

6.2 Mise en solution de la prise d'essai

6.2.1 Prises d'essai exemptes d'étain et de silicium

Introduire la prise d'essai (6.1) dans un bécher de 250 ml. Attaquer par 25 ml de la solution d'acide nitrique (4.5). Dissoudre d'abord à température ambiante, puis en chauffant modérément jusqu'à dissolution complète.

Ensuite, augmenter la température et faire bouillir la solution pendant plusieurs minutes afin d'éliminer les vapeurs nitreuses. Cesser le chauffage et ajouter 50 ml d'eau. Si la solution d'essai demeure claire, transvaser dans un bécher à électrolyse et procéder comme spécifié en 6.3.

6.2.2 Prises d'essai contenant de l'étain et du silicium

Si la teneur en étain de l'alliage est suffisamment élevée, la solution d'essai (6.2.1) à ce stade est trouble. Dans ce cas, laisser le précipité d'oxyde d'étain flocculer à 80 °C pendant 1 h. Cesser le chauffage, ajouter de la pulpe pour filtrer et filtrer sur filtre (grain serré) à filtration lente. Recueillir le filtrat dans un bécher à électrolyse (5.1). Laver le précipité plusieurs fois à l'acide nitrique (dilué 1 + 99) tiède. Joindre les eaux de lavage au filtrat.

Introduire le papier filtre et le précipité dans le bécher original. Ajouter de 15 à 20 ml d'acide nitrique (4.1) et de 10 à 15 ml d'acide perchlorique (4.2). Couvrir et faire chauffer jusqu'à formation intense de fumées blanches. Poursuivre le chauffage jusqu'à destruction complète de toute matière organique. Laisser refroidir, rincer le verre de montre ainsi que les parois du bécher, puis ajouter 15 ml d'acide bromhydrique (4.3). Faire chauffer encore jusqu'à formation intense de fumées blanches afin de volatiliser l'étain. Répéter le traitement à l'acide bromhydrique ainsi que le chauffage jusqu'à ce que la solution devienne limpide. Évaporer alors presque jusqu'à sec. Laisser refroidir et dissoudre le résidu dans une toute petite quantité d'eau. Joindre la solution au filtrat original qui se trouve dans le bécher à électrolyse.

6.3 Électrolyse

Ajouter 5 ml de la solution d'acide sulfamique (4.6) à la solution d'essai (6.2) et diluer à environ 200 ml avec de l'eau. Mettre sous tension l'appareil à électrolyse (5.2), plonger les électrodes en platine dans la solution d'essai et procéder à l'électrolyse du cuivre tel que spécifié par ISO 1554. L'intensité du courant peut être accrue en agitant fortement l'électrolyte. Quand le cuivre est complètement déposé, retirer les électrodes et récupérer l'électrolysat.

6.4 Précipitation

6.4.1 Ajouter 5 ml d'acide nitrique (4.1) et 10 ml d'acide perchlorique (4.2) à l'électrolysat et faire évaporer la solution jusqu'à formation intense de fumées blanches. Laisser refroidir et ajouter 100 ml d'eau. Transvaser dans un bécher de 800 ml, en filtrant si nécessaire. Ajouter 10 ml de la solution d'acide

citrique (4.7) puis la solution d'ammoniaque (4.4) jusqu'à l'apparition de la coloration bleue. Ajouter 1 ml en excès. Étendre à 400 ml et faire chauffer à 60 à 70 °C.

6.4.2 Dans le cas de teneurs en nickel comprises entre 40 et 85 mg (6.1.1, 6.1.2), ajouter 44 ml de la solution de diméthylglyoximate de sodium (4.8) à la solution d'essai (6.4), tout en ajoutant vigoureusement. Laisser refroidir la solution à la température ambiante et agiter de temps en temps.

6.4.3 Dans le cas de teneurs en nickel comprises entre 80 et 125 mg (6.1.3), ajouter 60 ml de la solution de diméthylglyoximate de sodium (4.8) à la solution d'essai (6.4), tout en agitant vigoureusement. Laisser refroidir la solution à la température ambiante et agiter de temps en temps.

6.5 Filtration

Filtrer le précipité sur un creuset en verre fritté (5.3) de porosité moyenne, préalablement taré puis séché pendant 1 h à 150 °C et refroidi dans un dessiccateur. Laver le précipité 10 à 12 fois avec de petites quantités d'eau en permettant au filtre de s'égoutter complètement entre chaque lavage. Faire sécher le précipité à 150 °C pendant 1 h. Laisser refroidir dans un dessiccateur et peser.

7 Expression des résultats

La teneur en nickel, exprimée en pourcentage par masse, est donnée par l'expression

$$\frac{m_1}{m_0} \times 20,32$$

où

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai (6.1);

m_1 est la masse, en grammes, du précipité (6.5).

8 Procès-verbal d'essai

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

- a) une identification de l'échantillon;
- b) la référence à la méthode utilisée;
- c) les résultats, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;
- d) tous les détails particuliers relevés au cours de l'essai;
- e) toutes les opérations non prévues dans la présente Norme internationale ou dans la Norme internationale à laquelle il est fait référence, ou considérées comme facultatives.