
Norme internationale



4743

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

Alliages de cuivre — Dosage du nickel — Méthode titrimétrique

Copper alloys — Determination of nickel content — Titrimetric method

Première édition — 1984-10-15

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 4743:1984](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f0e9b1b8-d0d3-4bd0-9f5a-1ae98910114a/iso-4743-1984)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f0e9b1b8-d0d3-4bd0-9f5a-1ae98910114a/iso-4743-1984>



CDU 669.3 : 546.74 : 543.24

Réf. n° : ISO 4743-1984 (F)

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

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 créé à cet effet. 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. Les Normes internationales sont approuvées conformément aux procédures de l'ISO qui requièrent l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 4743 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 26, *Cuivre et alliages de cuivre*.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f0e9b1b8-d0d3-4bd0-9f5a-1ae98910114a/iso-4743-1984>

Alliages de cuivre — Dosage du nickel — Méthode titrimétrique

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode titrimétrique de dosage du nickel dans les alliages de cuivre.

La méthode est applicable aux teneurs en nickel utilisé comme élément d'alliage dans tous les types d'alliages de cuivre énumérés dans les Normes internationales.

2 Principe

Séparation du nickel provenant de la solution ammoniacale d'une prise d'essai par précipitation du complexe de diacétyldioxime suivi d'une extraction du complexe au chloroforme. Après évaporation du solvant et digestion humide du complexe, détermination de la teneur en nickel par titrage complexométrique indirect faisant appel à des données voltamétriques.

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 Ammoniaque, solution, ρ 0,91 g/ml.

3.2 Ammoniaque, solution, 1 + 10.

Diluer 100 ml de la solution d'ammoniaque (3.1) à 1 100 ml avec de l'eau.

3.3 Acide nitrique, solution, 1 + 1.

Diluer 100 ml d'acide nitrique, ρ 1,40 g/ml, avec 100 ml d'eau.

3.4 Acide perchlorique, ρ 1,70 g/ml.

3.5 Chlorhydrate d'hydroxylamine.

3.6 Chloroforme.

3.7 Hexaméthylène tétramine.

3.8 Acide tartrique, solution, 500 g/l.

Faire dissoudre 500 g d'acide tartrique ($C_4H_6O_6$) dans de l'eau et diluer à 1 000 ml.

3.9 Tartrate de sodium, solution, 100 g/l.

Faire dissoudre 100 g de tartrate *d*/sodique dihydraté ($Na_2C_4H_4O_6 \cdot 2H_2O$) dans de l'eau et diluer à 1 000 ml.

3.10 Diacétyldioxime, solution méthanolique, 10 g/l.

Faire dissoudre 10 g de diacétyldioxime ($C_4H_8N_2O_2$) dans du méthanol et diluer à 1 000 ml avec du méthanol.

3.11 Acide chlorhydrique, dilué 1 + 1.

Diluer 100 ml d'acide chlorhydrique, ρ 1,19, à 200 ml avec de l'eau.

3.12 Éthylènediaminetétraacétate *d*/sodique, dihydraté (Na_2EDTA), solution étalon jaugée, $c(Na_2C_{10}H_{14}O_8N_2 \cdot 2H_2O) \approx 0,01$ mol/l.

3.12.1 Préparation de la solution

Faire dissoudre 3,722 g de Na_2EDTA dans de l'eau et diluer à 1 000 ml dans une fiole jaugée.

3.12.2 Étalonnage de la solution

Prélever à la pipette 20,00 ml de la solution de cuivre (3.14) et introduire dans un bécher de 250 ml. Ajouter 25,00 ml de la solution de EDTA (3.12.1) et ajuster le pH à 6,2 à 6,4 à l'aide de l'hexaméthylène tétramine (3.7). Ajouter 2,5 ml de la solution MnEDTA (3.13) et titrer l'excès de EDTA par la solution de cuivre (3.14) comme spécifié en 5.6.

On obtient le facteur de la solution de EDTA, F , au moyen de la formule

$$\frac{20,00 + V_0}{25,00}$$

où V_0 est le volume, en millilitres, de la solution de cuivre utilisée pour le dosage.

3.13 Manganèse(II)EDTA, solution correspondant à 0,2 g de Mn par litre.

Faire dissoudre 0,615 5 g de sulfate de manganèse monohydraté ($MnSO_4 \cdot H_2O$) et 1,064 2 g d'acide éthylène diamine tétra-cétique ainsi que 10 g d'hexaméthylène tétramine (3.7) dans 200 ml d'eau et diluer à 1 000 ml dans une fiole jaugée.

1 ml de cette solution contient 0,2 mg de Mn(II).

NOTE — Afin de vérifier si la solution contient Mn et EDTA selon les proportions stoechiométriques, procéder comme suit: ajouter plusieurs milligrammes de chlorhydrate d'hydroxylamine (3.5) et une goutte d'indicateur noir d'ériochrome T. On devrait obtenir une couleur rose brunâtre ou bleue qui devrait virer à un rouge franc par addition d'une goutte de la solution de cuivre (3.14) ou à un bleu franc par addition d'une goutte de la solution de Na_2EDTA (3.12).

3.14 Cuivre, solution à 0,01 mol/l.

Faire dissoudre 0,635 4 g de cuivre (> 99,9 % de pureté) dans aussi peu d'acide nitrique (3.3) que possible. Diluer à 1 000 ml dans une fiole jaugée.

3.15 Solution complexante

Faire dissoudre 200 g d'acétate d'ammonium dans 500 ml d'eau et ajuster le pH à 9 à l'aide de la solution d'ammoniaque (3.1). Ajouter 400 g de thiosulfate de sodium et diluer à 1 000 ml.

4 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

4.1 Potentiomètre, relié à un dispositif permettant d'obtenir des données voltamétriques, entre autres, un signal de point de virage.

NOTE — Ce dispositif, qui polarise les électrodes avec un courant constant compris entre 1 et 5 μA peut être construit de façon simple en utilisant un accumulateur ou une pile de 2 V, par exemple, reliés en série à une résistance de 1 M Ω et aux électrodes. Le potentiomètre est disposé en parallèle avec les électrodes.

4.2 Double électrode de platine, faite d'un fil de platine de 1 mm de diamètre, scellé dans un tube de verre, soit directement, soit après soudure à un fil de cuivre, de telle façon que chaque fil électrode soit d'environ 4 mm de longueur et présente une surface libre d'environ 10 mm².

4.3 Dispositif de filtration sous vide au moyen d'une membrane, muni d'un joint rodé à l'émeri et s'adaptant à une ampoule à décanter de 250 ml.

4.4 Membranes filtrantes, de porosité 1 μm convenant au dispositif de filtration (4.3).

5 Mode opératoire

5.1 Peser, à 0,001 g près, 1 g d'échantillon finement divisé et introduire dans un bécher de 250 ml forme haute. Ajouter 5 ml de la solution d'acide tartrique (3.8) et 20 ml de la solution d'acide nitrique (3.3). Après dissolution complète, diluer avec environ 30 ml d'eau et chasser les oxydes nitreux par une ébullition de quelque 5 min.

Laisser refroidir à la température ambiante. Tel qu'indiqué dans le tableau, transvaser la solution d'essai dans une fiole jaugée de 100 ml si la teneur prévue en nickel de l'échantillon est inférieure à 10 % (m/m). Utiliser une fiole de 500 ml si la teneur prévue en nickel est de 10 % (m/m) ou plus. Diluer au trait de jauge avec de l'eau et homogénéiser.

Selon la teneur prévue en nickel, prélever à la pipette une partie aliquote de la solution d'essai et introduire dans un bécher de 250 ml, tel qu'indiqué dans le tableau. Diluer, si nécessaire, à 50 ml avec de l'eau.

Teneur en nickel prévue % (m/m)	Dilution ml	Aliquote ml	Masse en solution g	Volume de solution de Na_2EDTA (3.12) à ajouter ml
2	50	50	0,5	25
5	100	20	0,2	25
10	500	50	0,1	25
20	500	50	0,1	50
40	500	25	0,05	50
60	500	20	0,04	50

5.2 Formation du complexe

Ajouter, dans l'ordre, les réactifs suivants, et mélanger après chaque addition :

- 10 ml de la solution de tartrate de sodium (3.9);
- de la solution d'ammoniaque (3.1) jusqu'à ce que le nickel et le cuivre présents soient redissous complètement;
- du chlorhydrate d'hydroxylamine (3.5) pour décolorer la solution (0,1 à 0,2 g, selon la quantité de cuivre présent);
- 20 ml de la solution complexante (3.15) (30 ml, si la quantité prélevée correspond à plus de 0,2 g d'échantillon);
- 15 ml de la solution de diacétyldioxime (3.10).

5.3 Filtration et première extraction

Filtrer le précipité sur une membrane filtrante de 1 μ directement dans une ampoule à décanter de 250 ml en utilisant l'appareil de filtration Witt (4.3). Laver le bécher trois fois avec 5 ml de la solution d'ammoniaque (3.2) et deux fois avec 5 ml d'eau. Agiter le filtrat avec 25 ml de chloroforme (3.6) et conserver la phase organique. Répéter l'extraction avec 20 ml de chloroforme (3.6). Réunir les phases organiques.

5.4 Traitement du précipité

Dissoudre le filtre dans 10 ml de la solution d'acide nitrique (3.3). Répéter ensuite la précipitation du nickel et l'extraction du filtrat tel que spécifié en 5.2 et 5.3.

5.5 Digestion

Dissoudre le filtre mentionné en 5.4 dans un bécher de 250 ml à l'aide de la solution d'acide nitrique (3.3) et combiner cette solution avec les quatre extraits de chloroforme. Ajouter plusieurs pastilles ou graines de verre et laisser évaporer la solution jusqu'à l'obtention d'un volume d'environ 2 ml. Enlever les pastilles et les laver avec quelques millilitres d'eau. Ajouter 2 ml d'acide perchlorique (3.4) à la solution et laisser évaporer presque à sec (0,5 ml). Laisser refroidir le résidu.

5.6 Titrage

Dissoudre le résidu dans 20 ml d'eau et ajouter de la solution de Na₂EDTA (3.12) tel qu'indiqué dans le tableau. Ajuster le pH à 6,2 à 6,4 à l'aide de l'hexaméthylène tétramine (3.7). Ajouter 2,5 ml de la solution de Mn(II)EDTA (3.13) et titrer l'EDTA en excès avec la solution de cuivre (3.14) en faisant appel à la mesure voltamétrique au moyen de la double électrode de platine polarisée (4.2). La solution de cuivre doit être ajoutée goutte à goutte, rapidement au début et à gouttes espacées lorsqu'on approche du point de virage. L'indication du point de virage se manifeste par un très brusque saut de potentiel d'environ 250 mV à chaque goutte.

5.7 Essai de contrôle

Procéder à un essai préliminaire de l'appareillage potentiométrique en préparant une solution d'un produit étalon ou d'un échantillon synthétique contenant une quantité connue de nickel et de composition similaire au produit à analyser. Suivre le mode opératoire spécifié en 5.1 à 5.6.

6 Expression des résultats

6.1 Calculs

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

$$\frac{(V_1 \times F - V_2) \times 0,000\ 587 \times 100}{m}$$

$$= \frac{(V_1 \times F - V_2) \times 0,058\ 7}{m}$$

où

V_1 est le volume, en millilitres, de la solution de Na₂EDTA (3.13) ajoutée;

V_2 est le volume, en millilitres, de la solution de cuivre (3.15) utilisée pour le titrage;

F est le facteur de la solution de Na₂EDTA (3.12), calculé tel qu'en 3.12.2;

m est la masse, en grammes, de l'échantillon dans la solution d'essai;

0,000 587 est la masse, en grammes, du nickel correspondant à 1 ml de la solution de Na₂EDTA (3.12).

Exprimer le résultat à deux décimales.

6.2 Répétabilité et reproductibilité

Des essais comparatifs effectués sur le même échantillon par sept laboratoires ont produit les données statistiques suivantes :

Caractéristiques	Valeur	
Teneur moyenne en nickel, % (m/m) :	43,36	
Écart-type	de répétabilité, σ_r :	0,04 ⁵
	de reproductibilité, σ_R :	0,097

7 Observations sur le mode opératoire

7.1 Préparation des électrodes

Au point de virage du titrage, l'anode sera recouverte de bioxyde de manganèse(II). Ce précipité doit être dissous après chaque titrage en plongeant l'électrode dans une solution d'acide chlorhydrique (1 + 5) contenant un peu de peroxyde d'hydrogène.

7.2 Indicateur

On peut utiliser un colorant indicateur plutôt que la méthode voltamétrique, mais il en résulte une diminution de la précision. Du xylénol orange, broyé à 1 : 50 avec du nitrate de potassium, peut servir à cette fin. Dans ce cas, utiliser une solution de zinc 0,01 mol/l comme solution de titrage au lieu de celle de cuivre.

8 Procès-verbal d'essai

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

- identification de l'échantillon;
- référence de la méthode utilisée;
- les résultats, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;
- compte rendu de tous les détails particuliers éventuels relevés au cours de l'essai;
- toutes les opérations non prévues dans la présente Norme internationale ou considérées comme facultatives et qui pourraient influencer les résultats.

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4743:1984

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f0e9b1b8-d0d3-4bd0-9f5a-1ae98910114a/iso-4743-1984>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4743:1984

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f0e9b1b8-d0d3-4bd0-9f5a-1ae98910114a/iso-4743-1984>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4743:1984

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f0e9b1b8-d0d3-4bd0-9f5a-1ae98910114a/iso-4743-1984>