
Norme internationale



4748

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

Alliages de cuivre — Dosage du fer — Méthode titrimétrique au Na₂EDTA

Copper alloys — Determination of iron content — Na₂EDTA titrimetric method

Première édition — 1984-04-15

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 4748:1984](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/530a9d4d-a67c-459f-8c24-2f4a18c68d51/iso-4748-1984)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/530a9d4d-a67c-459f-8c24-2f4a18c68d51/iso-4748-1984>

CDU 669.3 : 543.24 : 546.72

Réf. n° : ISO 4748-1984 (F)

Descripteurs : cuivre, alliage de cuivre, analyse chimique, dosage, fer, 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 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 4748 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 26, *Cuivre et alliages de cuivre*, et a été soumise aux comités membres en septembre 1982.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

Allemagne, R.F.	Espagne	ISO 4748:1984	Suède
Belgique	France	standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/530a9d4d-a67c-459f-8c24-2fa18c318c31/iso-4748-1984	Suisse
Brésil	Iran		Tchécoslovaquie
Canada	Italie		Turquie
Chine	Japon		URSS
Corée, Rép. de	Norvège		USA
Corée, Rép. dém. p. de	Pologne		Venezuela
Égypte, Rép. arabe d'	Roumanie		

Les comités membres des pays suivants l'ont désapprouvée pour des raisons techniques :

Afrique du Sud, Rép. d'
Australie

Alliages de cuivre — Dosage du fer — Méthode titrimétrique au Na₂EDTA

1 Objet et domaine d'application

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

La méthode est applicable aux teneurs en fer dans tous les types d'alliages de cuivre répertoriés dans les Normes internationales.

2 Principe

Séparation du fer de l'alliage par extraction sous forme du complexe chloro-fer(III), suivie d'une chélation avec excès d'EDTA à pH 4,5 et d'un titrage en retour au moyen d'une solution titrée de zinc.

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 Acide chlorhydrique, ρ 1,19 g/ml.

3.2 Peroxyde d'hydrogène, solution à 30 % (m/m).

3.3 Méthyl-isobutyl-cétone.

3.4 Éthanol.

3.5 Acide chlorhydrique, dilué 1 + 1.

Diluer 100 ml de l'acide chlorhydrique (3.1) avec 100 ml d'eau.

3.6 Chlorure de lithium, solution.

Dissoudre 275 g de chlorure de lithium (LiCl) dans de l'eau, diluer à 1 000 ml et homogénéiser.

3.7 Fluorure d'ammonium, solution.

Dissoudre 37 g de fluorure d'ammonium (NH₄F) dans de l'eau, diluer à 1 000 ml et homogénéiser.

3.8 Thio-urée, solution.

Dissoudre 100 g de thio-urée (H₂NCSNH₂) dans de l'eau, diluer à 1 000 ml et homogénéiser.

3.9 Hexaméthylène tétramine, solution.

Dissoudre 200 g d'hexaméthylène tétramine dans de l'eau, diluer à 1 000 ml et homogénéiser.

3.10 Éthylène diamine tétraacétate disodique, dihydraté (Na₂EDTA), solution titrée 0,05 mol/l.

Dissoudre 18,61 g de Na₂EDTA dans de l'eau. Diluer au trait de jauge dans une fiole de 1 000 ml et homogénéiser. Étalonner la solution en se servant d'une quantité connue de la solution de fer(III) (3.12) et, en omettant l'étape de l'extraction, en titrant comme dans le chapitre 5.

3.11 Zinc, solution titrée 0,05 mol/l.

Dissoudre 3,269 g de zinc de pureté analytique dans 25 ml d'acide nitrique (1 + 1). Chasser les vapeurs nitreuses en faisant bouillir. Refroidir et porter le pH entre 4 et 5 en ajoutant de la solution d'hexaméthylène tétramine (3.9). Diluer au trait de jauge avec de l'eau dans une fiole de 1 000 ml et homogénéiser.

3.12 Fer(III), solution 0,05 mol/l.

Dissoudre 3,992 g d'oxyde de fer(III) (Fe₂O₃) dans 40 ml de l'acide chlorhydrique (3.5). Diluer au trait de jauge avec de l'eau dans une fiole de 1 000 ml et homogénéiser.

3.13 Xylénol orange.

Broyer ensemble 1 g de xylénol orange et 100 g de nitrate de potassium.

4 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

4.1 pH-mètre.

5 Mode opératoire

5.1 Prise d'essai

Peser, à 0,001 g près, 1,000 g de l'échantillon dans un bécher de 250 ml forme haute.

5.2 Dosage

Dissoudre la prise d'essai dans 10 ml de l'acide chlorhydrique (3.1) et 10 ml de l'acide chlorhydrique (3.5), dans un bain réfrigérant. Ensuite, ajouter 10 ml de la solution de peroxyde d'hydrogène (3.2) en plusieurs petites quantités. Une fois la dissolution terminée, détruire l'excès éventuel de peroxyde en faisant bouillir doucement durant 5 min.

Refroidir la solution à la température ambiante et transvaser dans une ampoule à décanter de 150 ml. Rincer le bécher avec de l'acide chlorhydrique (3.5) et ajouter les liquides de rinçage au contenu de l'ampoule. Le volume total ne doit pas dépasser 50 ml.

Ajouter 30 ml de la méthyl-isobutyl-cétone (3.3) et agiter vigoureusement durant 1 min. Laisser les phases se séparer et soutenir la phase aqueuse inférieure dans une seconde ampoule à décanter. Ajouter 20 ml de la méthyl-isobutyl-cétone à la phase aqueuse et agiter faiblement durant 1 min. Laisser les phases se séparer et rejeter la phase aqueuse inférieure.

Réunir les deux phases organiques et laver en agitant avec 20 ml de la solution de chlorure de lithium (3.6) durant 30 s. Rejeter la phase aqueuse inférieure. Répéter le lavage avec une deuxième portion de 20 ml de la solution de chlorure de lithium.

Rejeter la phase aqueuse et rincer la phase de cétone purifiée avec 50 ml d'eau en transvasant dans un bécher de 400 ml. Ajouter 2 ml de l'acide chlorhydrique (3.5) et bien remuer. Afin d'obtenir une seule phase homogène, diluer avec 100 ml d'éthanol (3.4) et ajouter, en remuant, autant de solution de fluorure d'ammonium (3.7) qu'il est nécessaire pour décolorer la solution.¹⁾

Ajouter 5 ml de la solution de thio-urée (3.8) et 20,00 ml²⁾ de la solution de Na₂EDTA (3.10). Porter le pH de la solution à 4,5 ± 0,1 en ajoutant de la solution d'hexaméthylène tétramine (3.9). Ajouter environ 0,1 g du xylénol orange (3.13) au moyen de la pointe d'une spatule et titrer avec la solution de zinc (3.11) jusqu'à ce que l'indicateur vire subitement du jaune au rouge.

Effectuer le titrage goutte à goutte et opérer lentement à l'approche du point final.

5.3 Essai de contrôle

Procéder à un contrôle préliminaire de l'appareillage en préparant une solution d'un produit étalon ou d'un échantillon synthétique contenant une quantité connue de fer et de composition similaire au produit à analyser. Suivre le mode opératoire spécifié en 5.1 et 5.2.

6 Expression des résultats

6.1 Calcul

La teneur en fer, exprimée en pourcentage en masse, est obtenue par la formule

$$\frac{(V_1 \times F - V_2) \times 0,002\ 793 \times 100}{m}$$

$$= \frac{(V_1 \times F - V_2) \times 0,279\ 3}{m}$$

où

V₁ est le volume, en millilitres, de la solution de Na₂EDTA (3.10) ajoutée;

V₂ est le volume, en millilitres, de la solution de zinc (3.11) utilisée pour le dosage (5.2);

F est le facteur de la solution de Na₂EDTA, c'est-à-dire la concentration de la solution de Na₂EDTA établie par étalonnage divisée par la concentration nominale de 0,05 mol/l;

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai (5.1);

0,002 793 est la masse, en grammes, de fer correspondant à 1 ml de la solution de Na₂EDTA à 0,05 mol/l exactement.

Exprimer le résultat à deux décimales près.

6.2 Répétabilité et reproductibilité

Des analyses comparatives, exécutées sur deux échantillons par sept laboratoires, ont donné les renseignements suivants:

Caractéristique	Échantillon	
	1	2
Moyenne, % (m/m)	1,92	4,54
Écart-type {	de répétabilité, σ _r	0,013
	de reproductibilité, σ _R	0,024

7 Procès-verbal d'essai

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

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

1) Dans les alliages à haute teneur en étain, il peut y avoir une précipitation d'acide stannique lors de l'addition d'éthanol. Ce précipité se dissoudra lorsqu'on ajoutera la solution de fluorure d'ammonium. L'étain n'affecte nullement le dosage du fer selon cette méthode.

2) Ce volume de solution de Na₂EDTA est suffisant pour les échantillons qui contiennent jusqu'à 5 % (m/m) de fer. Le volume de solution de Na₂EDTA doit être augmenté pour les échantillons qui contiennent plus de 5 % (m/m) de fer.