Norme internationale ISO 6437

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

Alliages de cuivre — Dosage du chrome — Méthode titrimétrique

Copper alloys — Détermination of chromium content — Titrimetric method

Première édition — 1984-05-15

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 6437:1984
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/26807c4f-ded0-4f8d-a847-d9dfdbbd0562/iso-6437-1984

CDU 669.35 : 543.24 : 546.76 **Réf. nº : ISO 6437-1984 (F)**

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

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.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

La Norme internationale ISO 6437 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 26, *Cuivre et alliages de cuivre,* et a été soumise aux comités membres en avril 1982.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée:

ISO 6437:1984
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/26807c4f-ded0-4f8d-a847-d9dfdbbd1412/iso-6437-1984

Afrique du Sud, Rép. d'	Espagne	Pays-Bas
Allemagne, R.F.	Finlande	Pologne
Australie	France	Roumanie
Belgique	Hongrie	Suède
Brésil	Iran	Suisse
Canada	Italie	Tchécoslovaquie
Chine	Japon	Turquie
Égypte, Rép. arabe d'	Norvège	URSS

Le comité membre du pays suivant l'a désapprouvée pour des raisons techniques:

USA

© **Organisation internationale de normalisation, 1984** ●

Imprimé en Suisse

Alliages de cuivre — Dosage du chrome — Méthode titrimétrique

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.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 6437:1984
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/26807c4f-ded0-4f8d-a847-d9dfdbbd0562/iso-6437-1984

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode titrimétrique de dosage du chrome total dans les cupro-chromes énumérés dans les Normes internationales.

La méthode est applicable aux produits ayant des teneurs comprises entre 0,10 et 2,0 % (m/m).

2 Principe

Mise en solution d'une prise d'essai suivie de l'oxydation de la majeure partie du chrome par l'acide perchlorique en présence d'acide orthophosphorique afin d'éviter les pertes en chrome. Oxydation du chrome(III) résiduel par le permanganate de potassium. Réduction du chrome(VI) à l'aide d'une solution de fer(II). Détermination du point équivalent, soit en présence d'un indicateur, soit par mesure du potentiel en fonction du volume de solution de titrage utilisée.

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 Acide nitrique, ϱ 1,40 g/ml.

3.3 Acide fluorhydrique, ϱ 1,13 g/ml.

3.4 Acide perchlorique, ϱ 1,61 g/ml.

3.5 Acide sulfurique, ϱ 1,83 g/ml.

3.6 Acide chlorhydrique, solution 1 + 20.

Diluer 5,0 ml d'acide chlorhydrique (3.1) avec 100 ml d'eau.

3.7 Acide orthophosphorique, solution 1 + 2.

Diluer 100 ml d'acide orthophosphorique, ϱ 1,70 g/ml avec 200 ml d'eau.

3.8 Permanganate de potassium, solution à 2,5 g/l.

Dissoudre 2,5 g de permanganate de potassium dans de l'eau et diluer à 1000 ml.

3.9 Diphénylamine, solution à 2 g/l dans l'acide sulfurique.

Dissoudre 0,2 g de diphénylamine dans 100 ml d'acide sulfurique (3.5).

3.10 Bichromate de potassium, solution étalon correspondant à 1,733 g de Cr par litre.

Peser, à 0,000 1 g près , 4,903 3 g de bichromate de potassium ($K_2Cr_2O_7$).

Introduire dans un bécher de capacité appropriée et dissoudre dans de l'eau non réductrice. Transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 1 000 ml, diluer au trait de jauge avec de l'eau non réductrice et homogénéiser.

1 ml de cette solution-étalon contient 1,733 mg de Cr.

3.11 Sulfate de fer(II) et d'ammonium, solution à 46 g/l dans une solution d'acide sulfurique 1 mol/l.

3.11.1 Préparation de la solution

Diluer 54 ml d'acide sulfurique (3.5) à 1 l avec de l'eau. Dissoudre 46 g de sulfate de fer(II) et d'ammonium hexahydraté [$Fe(NH_4)_2(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$] dans une petite quantité de cette solution, puis diluer à 1000 ml avec la même solution d'acide sulfurique.

1 ml de cette solution correspond à environ 2 mg de Cr.

3.11.2 Étalonnage de la solution

3.11.2.1 Dosage volumétrique en présence d'un indicateur

Introduire 20 ml de la solution de bichromate de potassium (3.10) dans un bécher de 400 ml. Ajouter 25 ml de la solution d'acide orthophosphorique (3.7) et 150 ml d'eau. Ajouter 0,1 ml de la solution de diphénylamine (3.9) et titrer avec la solution de sulfate de fer(II) et d'ammonium (3.11.1), d'abord assez rapidement jusqu'à l'apparition de la coloration violette, puis lentement jusqu'à disparition de celle-ci.

Le titre de la solution de sulfate de fer(II) et d'ammonium, exprimé en milligrammes de chrome par millilitre de la solution est donné par la formule

$$c_{Cr} = \frac{V_1}{V_2} \times 1{,}733$$

où

V_1 est le volume, en millilitres, de la solution de bichromate de potassium (3.10) utilisée;

V_2 est le volume, en millilitres, de la solution de sulfate de fer(II) et d'ammonium (3.11.1) utilisée lors du titrage.

3.11.2.2 Dosage potentiométrique

Introduire 30 ml de la solution de bichromate de potassium (3.10) dans un bécher de 600 ml contenant 15 ml d'acide sulfurique (3.5), 25 ml de la solution d'acide orthophosphorique (3.7) et environ 330 ml d'eau. Titrer dans les conditions spécifiées en 5.4.2 du mode opératoire.

Le titre de la solution de sulfate de fer(II) et d'ammonium, exprimé en milligrammes de chrome par millilitre de la solution est donné par la formule en 3.11.2.1.

Il faut étalonner quotidiennement la solution de sulfate de fer(II) et d'ammonium.

4. Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

4.1 Béchers, de capacité 600 ml, forme haute.

4.2 Dispositif pour titrage potentiométrique.

5. Mode opératoire

5.1 Prise d'essai

Peser à 0,001 g près, environ 2 g de l'échantillon à analyser.[1)]

5.2 Mise en solution de la prise d'essai

Introduire la prise d'essai (5.1) dans un bécher de 600 ml forme haute (4.1). Ajouter 20 ml d'acide chlorhydrique (3.1), 10 ml d'acide nitrique (3.2) et 1 ml d'acide fluorhydrique (3.3). Lorsque l'effervescense est terminée, ajouter 10 ml de la solution d'acide orthophosphorique (3.7) et 30 ml d'acide perchlorique (3.4). Porter à ébullition et laisser évaporer jusqu'à formation intense de fumées blanches perchloriques que l'on maintient jusqu'à dissolution totale de l'échantillon. Réduire le chauffage et maintenir à douce ébullition pendant 5 min. Laisser refroidir. Ajouter 30 ml d'eau et faire bouillir 5 min. Laisser refroidir.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 6437:1984
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/26807c4f-ded0-4f8d-a847-d9dfdbbd0562/iso-6437-1984

5.3 Oxydation du chrome(III) résiduel

Ajouter 150 ml d'eau à la solution (5.2), porter à ébullition et ajouter 5 ml de solution de permanganate de potassium (3.8). Maintenir à ébullition 3 min, puis ajouter 10 ml de solution d'acide chlorhydrique (3.6) et faire bouillir encore 15 min. Laisser refroidir.

5.4 Dosage

5.4.1 Titrage volumétrique en présence d'un indicateur

À la solution à analyser (5.3), ajouter 25 ml de solution d'acide orthophosphorique (3.7) et 0,1 ml de solution de diphénylamine (3.9). Titrer rapidement avec la solution de sulfate de fer(II) et d'ammonium (3.11), jusqu'à l'apparition d'une coloration bleu outremer foncé, puis lentement jusqu'à virage au vert bleu clair.

5.4.2 Titrage potentiométrique

Transvaser la solution d'essai (5.3) dans un bécher de 600 ml forme haute (4.1). Ajouter 20 ml d'acide sulfurique (3.5) et 25 ml de solution d'acide orthophosphorique (3.7). Diluer la

1) Une Norme internationale traitant de l'échantillonnage des alliages de cuivre est en préparation.

solution à 400 ml environ avec de l'eau. Refroidir si nécessaire. Plonger les électrodes dans la solution et, tout en agitant, titrer avec la solution de sulfate de fer(II) et d'ammonium (3.11) jusqu'à l'apparition du saut de potentiel. Au voisinage du saut de potentiel, titrer lentement. Avec la chaîne de mesure platine-calomel saturé, le saut de potentiel est de l'ordre de 200 mV et se situe entre 900 et 700 mV.

5.5 Essai de contrôle

Vérifier la validité de la mise en application de la méthode en utilisant un produit étalon ou un échantillon synthétique contenant une quantité connue de chrome, et de composition similaire au produit à analyser. Suivre le mode opératoire spécifié en 5.1 à 5.4.

6 Expression des résultats

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

$$\frac{V \times c_{Cr}}{10\ m}$$

où

V est le volume, en millilitres, de la solution de sulfate de fer(II) et d'ammonium (3.11), utilisé pour le titrage (5.4);

c_{Cr} est le titre de la solution de sulfate de fer(II) et d'ammonium (3.11), exprimé en milligrammes de chrome par millilitre de la solution, calculé en 3.11.2;

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai.

7. Procès-verbal d'essai

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

a) l'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 considérées comme facultatives.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6437:1984
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/26807c4f-ded0-4f8d-a847-d9dfdbbd0562/iso-6437-1984

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6437:1984
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/26807c4f-ded0-4f8d-a847-d9dfdbbd0562/iso-6437-1984

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6437:1984
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/26807c4f-ded0-4f8d-a847-d9dfdbbd0562/iso-6437-1984

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6437:1984
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/26807c4f-ded0-4f8d-a847-d9dfdbbd0562/iso-6437-1984