
Norme internationale



6467

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

Ferrovandium — Dosage du vanadium — Méthode potentiométrique

Ferrovandium — Determination of vanadium content — Potentiometric method

Première édition — 1980-07-15

ITEH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 6467:1980](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/04a10258-25dd-4045-b7ea-a5affc74033b/iso-6467-1980)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/04a10258-25dd-4045-b7ea-a5affc74033b/iso-6467-1980>

CDU 669.15.292-198 : 543.257.1 : 546.881

Réf. n° : ISO 6467-1980 (F)

Descripteurs : ferro-alliage, ferro-vandium, vanadium, analyse chimique, dosage, analyse potentiométrique.

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 6467 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 132, *Ferro-alliages*, et a été soumise aux comités membres en août 1978.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

Afrique du Sud, Rép. d'	Espagne	Roumanie
Allemagne, R.F.	France	Royaume-Uni
Autriche	Inde	Suède
Brésil	Italie	Tchécoslovaquie
Bulgarie	Japon	URSS
Canada	Mexique	USA
Chili	Pays-Bas	Yougoslavie
Egypte, Rép. arabe d'	Pologne	

[ISO 6467:1980](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/04a10258-25dd-4045-b7ea-a5affc74113d/iso-6467-1980)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/04a10258-25dd-4045-b7ea-a5affc74113d/iso-6467-1980>

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

Ferrovandium — Dosage du vanadium — Méthode potentiométrique

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode potentiométrique de dosage du vanadium dans le ferrovandium.

La méthode est applicable aux alliages dont la teneur en vanadium est inférieure ou égale à 85 % (*m/m*).

2 Référence

ISO 3713, *Ferro-alliages — Échantillonnage et préparation des échantillons — Règles générales.*¹⁾

3 Principe

Mise en solution d'une prise d'essai par les acides nitrique et sulfurique. Oxydation à froid du vanadium(IV) en vanadium(V) par le permanganate de potassium, en léger excès. Destruction de l'excès de permanganate de potassium par le nitrite de potassium, l'excès de ce dernier étant lui-même détruit par l'urée. Réduction du vanadium(V) en vanadium(IV) par le fer(II) par titrage potentiométrique.

4 Réactifs

Au cours de l'analyse, sauf indications différentes, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau distillée ou de pureté équivalente.

4.1 Urée.

4.2 Acide nitrique, ρ 1,38 à 1,42 g/ml.

4.3 Acide phosphorique.

4.4 Acide sulfurique, solution à 50 % (*V/V*), rendu indifférent au permanganate de potassium par addition d'un léger excès de ce réactif.

Ajouter, avec précaution, à 400 ml d'eau, 500 ml d'acide sulfurique (ρ approx 1,84 g/ml); homogénéiser, refroidir, diluer à 1 000 ml et homogénéiser.

4.5 Nitrite de potassium, solution aqueuse à 10 g/l.

Dissoudre 10 g de nitrite de potassium dans de l'eau et diluer à 1 000 ml et homogénéiser.

4.6 Permanganate de potassium, solution aqueuse à 6,3 g/l.

Dissoudre 6,3 g de permanganate de potassium dans de l'eau et diluer à 1 000 ml et homogénéiser.

4.7 Bichromate de potassium, solution étalon, $c(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = 0,2 \text{ mol/l}$.

Peser, à 0,000 5 g près, exactement 9,806 4 g de bichromate de potassium préalablement séché à l'étuve à 105 °C. Dissoudre avec de l'eau dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Compléter au volume puis homogénéiser.

4.8 Sulfate de fer(II) et d'ammonium, solution titrée, $c[\text{FeSO}_4(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4] \approx 0,2 \text{ mol/l}$.

4.8.1 Préparation

Dissoudre, dans une fiole jaugée de 1 000 ml, 78,4 g de sulfate de fer(II) et d'ammonium $[\text{FeSO}_4(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ avec 500 ml d'eau tiède.

Lorsque la dissolution est terminée, ajouter 100 ml d'acide sulfurique (4.4), refroidir et compléter au trait de jauge, puis homogénéiser.

1) Actuellement au stade de projet.

4.8.2 Étalonnage

Dans un bécher de 600 ml contenant 280 ml d'eau, 10 ml d'acide sulfurique (4.4) et 10 ml d'acide phosphorique (4.3), introduire, à l'aide d'une burette, 40 ml de la solution de bichromate de potassium (4.7). Titrer avec la solution de sulfate de fer(II) et d'ammonium, sous contrôle potentiométrique. La fin de réaction est obtenue lorsque la chute maximale de potentiel est observée. Celle-ci est de l'ordre de 100 mV.

Le facteur correctif C est donné par l'expression

$$C = \frac{40}{V_1}$$

où V_1 est le volume, en millilitres, de sulfate de fer(II) et d'ammonium utilisé.

La normalité de cette solution de sulfate de fer(II) et d'ammonium varie et doit être vérifiée à chaque série de dosages.

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et notamment :

5.1 Bécher, de capacité 400 ml.

5.2 Potentiomètre de précision.

5.2.1 Électrodes

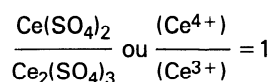
Électrode indicatrice : électrode de platine.

Électrode de référence : électrode Hg/Hg₂SO₄/K₂SO₄ (saturé).

5.2.2 Contrôle du système de mesure

En période de non utilisation, l'électrode de référence doit être plongée dans une solution saturée de sulfate de potassium.

L'électrode de platine doit être périodiquement contrôlée par un tampon redox stable. Utiliser, par exemple, une solution équi-ionique en sels de cérium(III) et de cérium(IV) :



Préparer ce tampon en dissolvant, dans de l'eau distillée, 0,330 g de Ce(SO₄)₂ et 0,280 g de Ce₂(SO₄)₃. Ajouter de l'acide sulfurique, de manière à obtenir, après introduction dans une fiole jaugée de 1 000 ml, une acidité correspondant à celle d'une solution molaire d'acide sulfurique. La réponse de l'électrode de platine est valable si, couplée à l'électrode de référence, on lit sur un millivoltmètre une valeur comprise entre 710 et 740 mV.

5.3 Agitateur magnétique.

6 Échantillon

Utiliser une poudre passant au tamis d'ouverture de maille de 250 µm, préparée conformément à l'ISO 3713.

7 Mode opératoire

7.1 Prise d'essai

Prélever une prise d'essai de 0,5 ± 0,000 2 g.

7.2 Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc parallèlement au dosage, en suivant le même mode opératoire et en utilisant les mêmes réactifs.

7.3 Essai de contrôle

Contrôler la validité de l'exécution de la méthode en effectuant, parallèlement à l'analyse et en suivant le même mode opératoire, le dosage du vanadium dans un ou plusieurs échantillons de même nature, à teneur connue en vanadium.

7.4 Dosage

7.4.1 Dans un bécher de 400 ml, dissoudre la prise d'essai par 10 ml d'eau, 10 ml d'acide nitrique (4.2) et 50 ml d'acide sulfurique (4.4); évaporer jusqu'à dégagement d'abondantes fumées blanches sulfuriques, puis laisser refroidir.

7.4.2 Reprendre par 100 ml d'eau versés doucement sur le bord du bécher. Porter à ébullition pour dissoudre les sels. Laisser refroidir et diluer à 200 ml environ.

7.4.3 Disposer le bécher sur l'agitateur magnétique, plonger les électrodes et agiter. Ajouter la solution de permanganate de potassium (4.6) à l'aide d'une burette de 50 ml jusqu'à obtention du potentiel maximal. Attendre ensuite 15 min. (La stabilisation du potentiel se situe aux environs de 700 ± 50 mV).

7.4.4 Détruire l'excès de permanganate de potassium par la solution de nitrite de potassium (4.5) en ajoutant une goutte toutes les 30 s sous contrôle potentiométrique. Arrêter l'addition lorsque la chute de potentiel atteint une valeur de l'ordre de 200 mV.

Ajouter rapidement 0,2 g environ d'urée (4.1) puis 10 ml d'acide phosphorique (4.3). Attendre 5 min environ pour la stabilisation du potentiel.

7.4.5 Titrer avec la solution de sulfate de fer(II) et d'ammonium (4.8), à l'aide d'une burette de 50 ml, jusqu'à ce qu'une chute maximale de potentiel, de l'ordre de 100 mV, soit observée.

8 Expression des résultats

La teneur en vanadium, exprimée en pourcentage en masse de l'échantillon, est donnée par la formule

$$T (V_0 - V_2) \times C \times \frac{100}{m}$$

où

T est la constante 0,010 19, c'est-à-dire la masse de vanadium équivalent, en grammes, à 1 ml de exactement 0,2 mol/l de la solution de sulfate de fer(II) et d'ammonium;

V_0 est le volume, en millilitres, de la solution de sulfate de fer(II) et d'ammonium (4.8) utilisé pour le dosage (7.4.5);

V_2 est le volume, en millilitres, utilisé pour l'essai à blanc (7.2);

C est le facteur correctif de la solution de sulfate de fer(II) et d'ammonium (4.8.2);

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai (7.1).

9 Répétabilité

L'expérience a montré que les limites de confiance au niveau 95 %, pour un opérateur expérimenté, sont $\pm 0,20$ %.

10 Procès-verbal d'essai

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

- a) la référence de la méthode utilisée;
- b) les résultats, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;
- c) tout détail particulier éventuel relevé au cours de l'essai;
- d) toute opération non prévue dans la présente Norme internationale, ou toute opération facultative.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6467:1980

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/04a10258-25dd-4045-b7ea-a5affc74033b/iso-6467-1980>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6467:1980

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/04a10258-25dd-4045-b7ea-a5affc74033b/iso-6467-1980>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6467:1980

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/04a10258-25dd-4045-b7ea-a5affc74033b/iso-6467-1980>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6467:1980

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/04a10258-25dd-4045-b7ea-a5affc74033b/iso-6467-1980>