

---

Norme internationale



6827

---

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

---

## Aluminium et alliages d'aluminium — Dosage du titane — Méthode photométrique au diantipyrylméthane

*Aluminium and aluminium alloys — Determination of titanium content — Diantipyrylmethane photometric method*

Première édition — 1981-02-01

iteh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

[ISO 6827:1981](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/21d0519d-ac9b-4021-ab77-22f96b67d22e/iso-6827-1981)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/21d0519d-ac9b-4021-ab77-22f96b67d22e/iso-6827-1981>

---

CDU 669.71 : 543.42 : 546.821

Réf. n° : ISO 6827-1981 (F)

Descripteurs : aluminium, alliage d'aluminium, analyse chimique, dosage, titane, méthode spectrophotométrique.

## 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 6827 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 79, *Métaux légers et leurs alliages*, et a été soumise aux comités membres en novembre 1979.

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
(standards.itih.ai)

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée : <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/21d0519d-ac9b-4021-ab77-22f96b67d22e/iso-6827-1981>

Afrique du Sud, Rép. d'	France	Roumanie
Allemagne, R. F.	Hongrie	Royaume-Uni
Australie	Inde	Suède
Autriche	Japon	Suisse
Chine	Mexique	Tchécoslovaquie
Corée, Rép. de	Norvège	URSS
Égypte, Rép. arabe d'	Pologne	Yougoslavie
Espagne	Portugal	

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

Pays-Bas

# Aluminium et alliages d'aluminium — Dosage du titane — Méthode photométrique au diantipyrylméthane

## 1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode photométrique au diantipyrylméthane pour le dosage du titane dans l'aluminium et les alliages d'aluminium.

La méthode est applicable aux produits ayant des teneurs en titane comprises entre 0,003 et 0,3 % (*m/m*).

## 2 Principe

Mise en solution d'une prise d'essai dans de l'acide chlorhydrique dilué; réduction de l'interférence de fer(III) et vanadium(V) par addition d'acide ascorbique en présence de sulfate de cuivre(II), puis addition de diantipyrylméthane pour former le complexe jaune de titane. Mesurage photométrique du complexe à une longueur d'onde, d'environ 400 nm.

## 3 Réactifs

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau distillée ou désionisée.

**3.1 Acide chlorhydrique**,  $\rho$  1,1 g/ml environ, solution à 20 % (*m/m*) ou 6 mol/l environ.

Diluer 500 ml d'acide chlorhydrique,  $\rho$  1,19 g/ml environ, solution à 38 % (*m/m*) ou 12 mol/l environ, avec 500 ml d'eau.

**3.2 Acide sulfurique**,  $\rho$  1,84 g/ml environ, solution à 96 % (*m/m*) ou 18 mol/l environ.

**3.3 Acide sulfurique**,  $\rho$  1,48 g/ml environ, solution à 58 % (*m/m*) ou 9 mol/l environ.

Tout en agitant et en refroidissant, ajouter 50 ml de l'acide sulfurique (3.2) à 40 ml d'eau. Refroidir à nouveau, puis diluer à 100 ml et homogénéiser.

**3.4 Acide nitrique**,  $\rho$  1,40 g/ml environ, solution à 68 % (*m/m*) ou 15 mol/l environ.

**3.5 Peroxyde d'hydrogène**, solution à 30 % (*m/m*) environ.

**3.6 Acide fluorhydrique**,  $\rho$  1,13 g/ml environ, solution à 40 % (*m/m*) environ.

**3.7 Permanganate de potassium**, solution à 1 g/l.

Dissoudre 1 g de permanganate de potassium ( $\text{KMnO}_4$ ) dans de l'eau, diluer à 1 000 ml et homogénéiser.

**3.8 Sulfate de cuivre(II)**, solution à 50 g/l.

Dissoudre 5 g de sulfate de cuivre(II) anhydre ( $\text{CuSO}_4$ ) dans de l'eau, diluer à 100 ml et homogénéiser.

**3.9 Acide ascorbique**, solution à 20 g/l.

Préparer au moment de l'emploi.

Dissoudre 2 g d'acide ascorbique ( $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$ ) dans de l'eau, diluer à 100 ml et homogénéiser.

**3.10 Diantipyrylméthane**, solution à 50 g/l dans une solution d'acide chlorhydrique à 0,1 mol/l environ.

Dissoudre 5 g de diantipyrylméthane dans environ 17 ml de la solution d'acide chlorhydrique (3.1) et 70 ml d'eau, diluer à 100 ml avec de l'eau et homogénéiser.

**3.11 Aluminium**, solution à 10 g/l.

Peser, à 0,01 g près, 10 g d'aluminium exempt de titane (pureté > 99,99 %) préalablement attaqué, les transférer dans un bécher de 1 000 ml et couvrir avec un verre de montre. Ajouter, par petites portions, 300 ml de la solution d'acide chlorhydrique (3.1) et, si nécessaire, une goutte de mercure métallique pour faciliter l'attaque. Si nécessaire, chauffer doucement pour accélérer la mise en solution. Ajouter alors quelques gouttes de la solution de peroxyde d'hydrogène (3.5) et faire bouillir quelques minutes pour éliminer le peroxyde en excès. Diluer à environ 500 ml avec de l'eau. Après refroidissement, transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 1 000 ml, diluer au volume et homogénéiser.

50 ml de cette solution contiennent 0,5 g d'aluminium.

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

**3.12 Titane**, solution étalon correspondant à 0,5 g de titane par litre.

Préparer la solution selon l'une des méthodes suivantes.

**3.12.1** Peser, à 1 mg près, 0,5 g de titane pur (pureté > 99,5 %) et le transférer dans un bécher de 600 ml. Le dissoudre dans 125 ml de la solution d'acide sulfurique (3.2) et oxyder avec quelques gouttes de l'acide nitrique (3.4). Faire bouillir la solution doucement jusqu'à élimination de toutes les fumées d'acide nitrique. Refroidir. Diluer de façon convenable. Transvaser dans une fiole jaugée de 1 000 ml, diluer au volume avec de l'eau et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 0,5 mg de titane.

**3.12.2** Peser, à 0,1 mg près, 1,848 5 g d'oxalate titanyle de potassium dihydraté  $[K_2TiO(C_2O_4)_2 \cdot 2H_2O]$  et le transférer dans un ballon de Kjeldahl de 100 ml. Ajouter 1,8 g de sulfate d'ammonium  $[(NH_4)_2SO_4]$  et 15 ml de la solution d'acide sulfurique (3.2). Chauffer soigneusement jusqu'à ce que la réaction se calme et faire bouillir doucement pendant 10 min.

Refroidir et transvaser la solution dans un bécher de capacité appropriée (par exemple de 250 ml) contenant déjà 100 ml d'eau. Ajouter quelques gouttes de la solution de permanganate de potassium (3.7) jusqu'à apparition d'une coloration rose persistante. Transvaser la solution dans une fiole jaugée de 500 ml, diluer au volume avec de l'eau et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 0,5 mg de titane.

**3.13 Titane**, solution étalon correspondant à 0,01 g de titane par litre.

Introduire 10 ml de la solution étalon de titane (3.12) dans une fiole jaugée de 500 ml, diluer au volume avec de l'eau et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 0,01 mg de titane.

## 4 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

**4.1 Spectrophotomètre**, ou

**4.2 Électrophotomètre.**

## 5 Échantillonnage

**5.1 Échantillon pour laboratoire<sup>1)</sup>**

## 5.2 Échantillon pour essai

Copeaux d'épaisseur inférieure ou égale à 1 mm, obtenus par fraisage ou perçage.

## 6 Mode opératoire

### 6.1 Prise d'essai

Peser, à 1 mg près, 1 g de l'échantillon pour essai (5.2).

### 6.2 Préparation de la courbe d'étalonnage

**6.2.1 Préparation des solutions témoins**, se rapportant à des mesurages photométriques effectués en cuves de 1 cm d'épaisseur

Dans une série de sept fioles jaugées de 100 ml, introduire les volumes de la solution étalon de titane (3.13) indiqués dans le tableau 1.

Tableau 1

Solution étalon de titane (3.13) ml	Masse de titane correspondante mg
0*	0
1,5	0,015
3	0,030
5	0,050
8	0,080
12	0,120
16	0,160

\* Solution de compensation.

Ajouter, dans chaque fiole, 50 ml de la solution d'aluminium (3.11).

### 6.2.2 Réaction colorée

Ajouter 25 ml de la solution d'acide sulfurique (3.3), diluer à environ 60 à 70 ml, ajouter 2 gouttes de la solution de sulfate de cuivre(II) (3.8), 2 ml de la solution d'acide ascorbique (3.9) et homogénéiser.

Enfin, ajouter 10 ml de la solution de diantipyrylméthane (3.10). Diluer au volume avec de l'eau et homogénéiser.

### 6.2.3 Mesures photométriques

Mesurer les absorbances des solutions témoins après 30 min à l'aide du spectrophotomètre (4.1) réglé au maximum de sa

1) L'échantillonnage de l'aluminium et des alliages d'aluminium fera l'objet d'une Norme internationale ultérieure.

courbe d'absorption (longueur d'onde environ 400 nm), ou à l'aide de l'électrophotomètre (4.2) muni de filtres convenables, après avoir réglé l'appareil sur une valeur d'absorbance nulle à l'aide de la solution de compensation.

#### 6.2.4 Tracé de la courbe d'étalonnage

Établir un graphique indiquant par exemple, en abscisses, les masses de titane (Ti), en milligrammes, contenues dans 100 ml de solution témoin, et en ordonnées, les valeurs correspondantes d'absorbance.

### 6.3 Dosage

#### 6.3.1 Préparation de la solution d'essai

Introduire la prise d'essai (6.1) dans un bécher de 250 ml et recouvrir d'un verre de montre. Ajouter 30 ml d'eau et, par petites portions, 30 ml de la solution d'acide chlorhydrique (3.1) et, goutte à goutte, 3 ml de la solution de peroxyde d'hydrogène (3.5) (voir 9.1). Si nécessaire, chauffer doucement pour amorcer la réaction. Une fois la réaction terminée, faire bouillir pendant 10 min et rincer le verre de montre et les parois du bécher avec un peu d'eau chaude.

Si un insoluble demeure, qui dénote la présence de silicium, filtrer. Placer le filtre dans un creuset en platine et l'incinérer en prenant soin de ne pas l'enflammer, puis calciner à environ 550 °C.

Après refroidissement, ajouter 2 ml de la solution d'acide sulfurique (3.2), 5 ml de la solution d'acide fluorhydrique (3.6) et, goutte à goutte, un peu de la solution d'acide nitrique (3.4), afin d'obtenir une solution limpide (environ 1 ml). Évaporer à sec et calciner à nouveau à environ 700 °C, pendant quelques minutes, pour volatiliser complètement le silicium.

Après refroidissement, mettre en solution la matière non volatile avec la plus petite quantité de la solution d'acide chlorhydrique (3.1), filtrer si nécessaire et ajouter quantitativement le filtrat au filtrat précédent. Évaporer la solution dans le bécher jusqu'à ce que son volume ne dépasse pas 50 ml. Transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 100 ml, diluer au volume avec de l'eau et homogénéiser.

Selon la teneur présumée en titane, procéder en utilisant les volumes de solution d'essai et de solution d'aluminium (3.11) indiqués dans le tableau 2.

Tableau 2

Teneur présumée en titane	Volume de solution d'essai	Masse de titane présent	Volume de la solution d'aluminium (3.11)
% (m/m)	ml	mg	ml
0,003 à 0,03	50,0	0,015 à 0,15	—
0,03 à 0,08	20,0	0,06 à 0,16	30,0
0,08 à 0,30	5,0	0,04 à 0,15	45,0

#### 6.3.2 Réaction colorée

Introduire, à l'aide d'une pipette, dans une fiole jaugée de

100 ml, les volumes appropriés de solution d'essai et de solution d'aluminium (3.11) indiqués dans le tableau 2 et continuer comme spécifié en 6.2.2 (voir 8.2).

#### 6.3.3 Solution de référence

Introduire, à l'aide d'une pipette, dans une fiole jaugée de 100 ml, les volumes appropriés de solution d'essai et de solution d'aluminium (3.11) indiqués dans le tableau 2 et continuer comme spécifié en 6.2.2, mais sans ajouter de diantipyrylméthane (voir 8.3).

#### 6.3.4 Mesures photométriques

Mesurer l'absorbance de la solution (6.3.2) après 30 min à l'aide du spectrophotomètre (4.1) réglé au maximum de sa courbe d'absorption (longueur d'onde environ 400 nm), ou à l'aide de l'électrophotomètre (4.2) muni de filtres convenables, après avoir réglé l'appareil sur une valeur d'absorbance nulle à l'aide de la solution de référence correspondante (6.3.3).

## 7 Expression des résultats

Au moyen de la courbe d'étalonnage (voir 6.2.4), déterminer la masse de titane correspondant à l'absorbance de la solution d'essai traitée.

La teneur en titane (Ti), exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$\frac{m_1 \times D}{10 \times m_0}$$

où

$m_0$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai;

$m_1$  est la masse, en milligrammes, de titane trouvé dans la partie aliquote de la solution d'essai (6.3.2) mesurée par rapport à la solution de référence (6.3.3);

$D$  est le rapport du volume de la solution d'essai au volume de la partie aliquote prélevée pour effectuer la réaction colorée.

## 8 Notes concernant le mode opératoire

**8.1** Au lieu de 3 ml de la solution de peroxyde d'hydrogène (3.5), on peut, pour oxyder la solution d'essai, utiliser 1 ml de la solution d'acide nitrique (3.4).

**8.2** Avec les alliages à teneur en zinc relativement élevée, il peut se produire un précipité dans la solution. Dans ce cas, filtrer une partie de la solution dans un récipient sec avant de procéder aux mesurages photométriques.

**8.3** La valeur correspondant à l'absorbance de la couleur «de base» doit être déduite de l'absorbance mesurée de la solution d'essai, afin d'éviter l'interférence d'éléments formant des ions colorés dans la solution.

## 9 Procès-verbal d'essai

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

- a) identification de l'échantillon pour essai;
- 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) compte rendu de toutes opérations non prévues dans la présente Norme internationale, ou de toutes opérations facultatives.

---

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO 6827:1981](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/21d0519d-ac9b-4021-ab77-22f96b67d22e/iso-6827-1981)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/21d0519d-ac9b-4021-ab77-22f96b67d22e/iso-6827-1981>

Page blanche

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 6827:1981

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/21d0519d-ac9b-4021-ab77-22f96b67d22e/iso-6827-1981>

Page blanche

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 6827:1981

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/21d0519d-ac9b-4021-ab77-22f96b67d22e/iso-6827-1981>