

---

# Norme internationale



# 7266

---

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

---

## Cuivre et alliages de cuivre — Dosage du soufre — Méthode titrimétrique après combustion

*Copper and copper alloys — Determination of sulfur content — Combustion titrimetric method*

Première édition — 1984-04-15

ITeH STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

[ISO 7266:1984](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/99dd4c6a-7bfa-4999-855e-6d0ba46af5f0/iso-7266-1984>

---

CDU 669.3 : 546.22 : 543.24

Réf. n° : ISO 7266-1984 (F)

Descripteurs : cuivre, alliage de cuivre, analyse chimique, dosage, soufre, 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 7266 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 26, *Cuivre et alliages de cuivre*, et a été soumise aux comités membres en février 1983.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

Afrique du Sud, Rép. d'	Hongrie	Suisse
Allemagne, R.F.	Iran	Tchécoslovaquie
Australie	Italie	Thaïlande
Belgique	Japon	Turquie
Canada	Mexique	URSS
Corée, Rép. dém. p. de	Pays-Bas	USA
Espagne	Pologne	Venezuela
Finlande	Roumanie	
France	Suède	

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

# Cuivre et alliages de cuivre — Dosage du soufre — Méthode titrimétrique après combustion

## 1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de dosage du soufre, par titrimétrie après combustion, dans le cuivre et les alliages de cuivre.

La méthode est applicable aux teneurs en soufre supérieures à 0,010 % (*m/m*) dans tous les types de cuivre et d'alliages de cuivre énumérés dans les Normes internationales.

## 2 Principe

Combustion d'une prise d'essai dans l'oxygène à 1 250 °C. Absorption des gaz résultant de la combustion par une solution diluée de peroxyde d'hydrogène. Titration de l'acide sulfurique formé par le borate de sodium en présence d'un indicateur mixte rouge de méthyle-bleu de méthylène.

## 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 Peroxyde d'hydrogène, solution à environ 3 g/l.

Diluer 10 ml de peroxyde d'hydrogène, 30 % (*m/m*) à 1 000 ml avec de l'eau.

### 3.2 Acide sulfurique, solution, $c(\text{H}_2\text{SO}_4) \approx 0,0025 \text{ mol/l}$ .

Diluer 14 ml d'acide sulfurique ( $\rho 1,84 \text{ g/l}$ ) à 1 000 ml. Diluer 10 ml de cette solution à 1 000 ml.

### 3.3 Borate de sodium, solution étalon.

Dissoudre 1,189 5 g de borate de sodium décahydraté ( $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ) dans de l'eau et diluer à 1 000 ml dans une fiole jaugée.

1 ml de cette solution étalon est équivalent à 100 µg de S.

### 3.4 Indicateur mixte

Dissoudre 0,120 g de rouge de méthyle et 0,080 g de bleu de méthylène dans 100 ml d'éthanol.

## 4 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

### 4.1 Burette, de 25 ml, graduée en 0,05 ml.

### 4.2 Dispositif de combustion (voir figure 1), comprenant ce qui suit :

#### 4.2.1 Bouteille d'oxygène munie d'un détendeur-débitmètre (D) : L'oxygène doit être exempt de soufre.

#### 4.2.2 Tubes d'épuration ( $A_1$ et $A_2$ ). $A_1$ est rempli d'amiant traité à l'hydroxyde de sodium. $A_2$ est garni à la partie inférieure, aux 3/4 de la hauteur, de perchlorate de magnésium anhydre et à la partie supérieure, de pentoxyde de phosphore, les deux substances étant maintenues par du coton de verre.

#### 4.2.3 Robinet (R), à deux voies parallèles de 3 à 4 mm permettant l'arrivée d'oxygène dans le tube à combustion T (4.2.6) et l'arrivée des gaz résultant de la combustion dans le barboteur B (4.3.2).

#### 4.2.4 Soupape à mercure (S), munie d'un flacon d'équilibre de niveau et d'un tube de sécurité. La hauteur de mercure est réglée au moyen du flacon d'équilibre de niveau de manière à faire joint lorsque, le robinet R (4.2.3) étant ouvert, le débit dans le tube à combustion est de 2,5 l/min. Au moment de l'ouverture du robinet R, il se produit une surpression et le joint de mercure débite jusqu'à ce que la pression soit établie à son niveau normal.

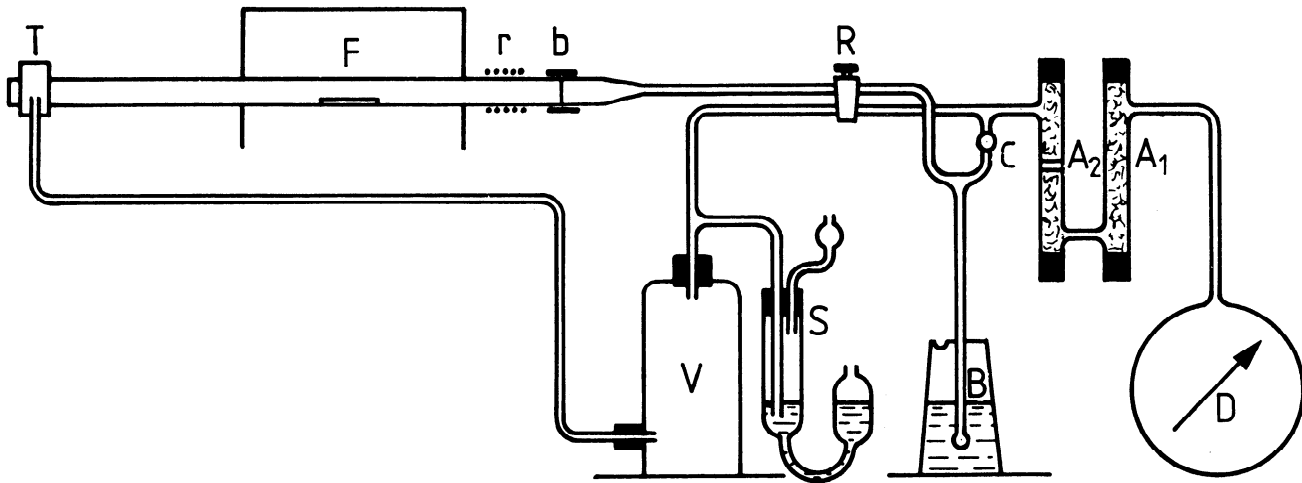
#### 4.2.5 Vase de détente (V).

#### 4.2.6 Tube à combustion (T), en matière réfractaire non poreuse dans lequel est disposée la nacelle contenant la prise d'essai (voir 7.2).

#### 4.2.7 Nacelles en matière réfractaire, préalablement calcinées à 1 250 °C dans un courant d'oxygène (voir 7.3).

#### 4.2.8 Four tubulaire (F) permettant de maintenir à 1 250 °C la partie chauffée du tube à combustion T (4.2.6) et comportant une tête métallique refroidie pour ce tube (voir figure 3).

#### 4.2.9 Tube de sortie, en verre, de même diamètre que le tube à combustion T (4.2.6) et relié à celui-ci par un manchon de caoutchouc (b).



- |                                  |  |   |   |
|----------------------------------|--|---|---|
| A <sub>1</sub> et A <sub>2</sub> | Tubes d'épuration (4.2.2)                | F | Four à combustion (4.2.8)                     |
| B                                | Barboteur (4.3.2)                        | S | Soupape à mercure et tube de sécurité (4.2.4) |
| C                                | Robinet à fuite (4.3.3)                  | R | Robinet à deux voies parallèles (4.2.3)       |
| D                                | Détendeur-débitmètre (4.2.1)             | V | Vase de détente (4.2.5)                       |
| b                                | Manchon en caoutchouc (4.2.9)            | T | Tube à combustion (4.2.6)                     |
| r                                | Dispositif de circulation d'eau (4.2.10) |   |   |

Figure 1 — Appareillage pour le dosage du soufre par combustion

ISO 7266:1984

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/99dd4c6a-7bfa-4999-855e-6d0ba46af5f0/iso-7266-1984>

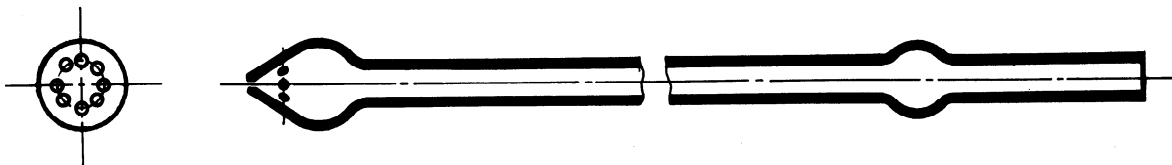
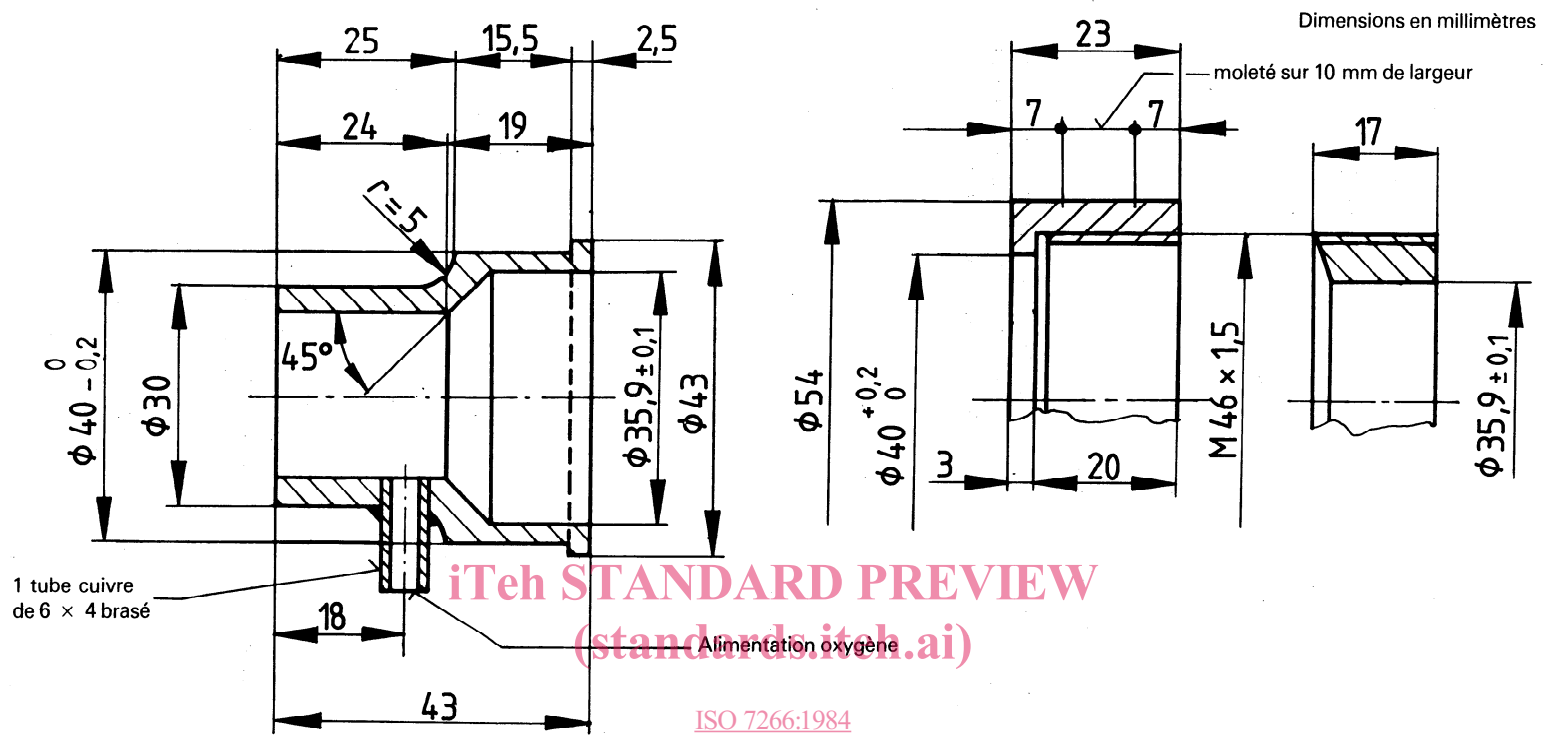


Figure 2 — Barboteur B (4.3.2) (Diamètre des trous = 0,05 mm)



iTeh STANDARD PREVIEW  
 (standards.iteh.ai)  
 ISO 7266:1984  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/99dd4c6a-7bfa-4999-855e-6d0ba46af5f0/iso-7266-1984>

32,5 × 3,6 ou  
 34,1 × 3,6 ou  
 35,6 × 3,6  
 suivant cotes extérieures  
 du tube réfractaire

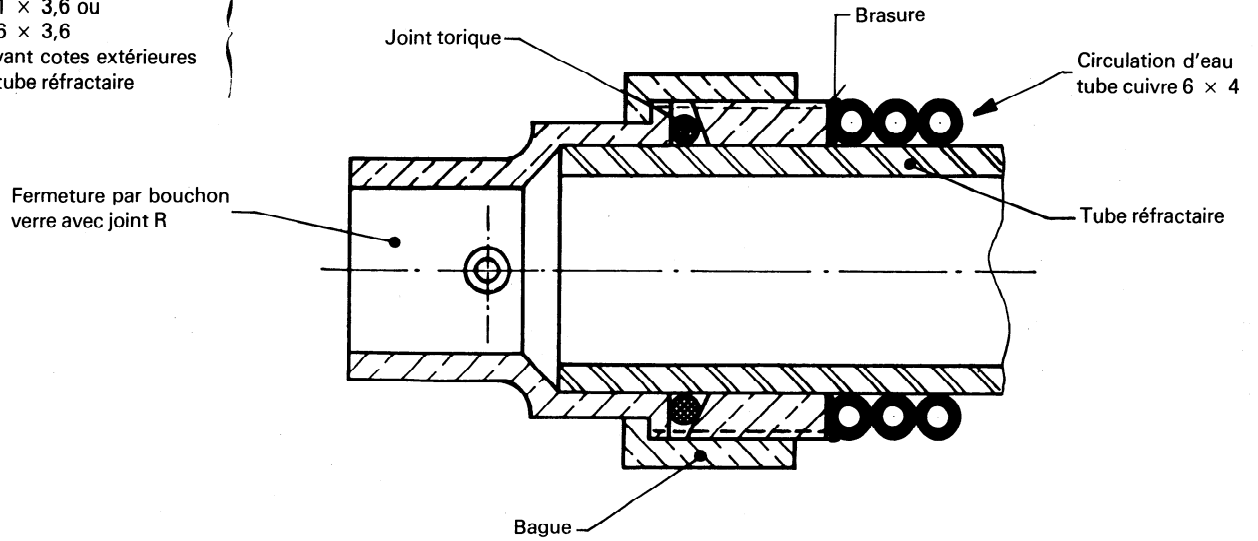


Figure 3 — Tête métallique réfrigérée pour tube à combustion

**4.2.10 Serpentin réfrigérant (r)**, assurant le refroidissement des gaz après combustion.

**4.2.11 Tubes en matière plastique souple**, utilisés pour toutes les connexions fixes.

**4.3 Dispositif d'absorption**, comprenant ce qui suit (voir figures 1 et 2) :

**4.3.1 Vase à saturation**, de 250 ml.

**4.3.2 Tube barboteur (B)**, percé de trous à son extrémité (voir figure 2), plongeant dans une solution de peroxyde d'hydrogène (3.1).

**4.3.3 Robinet à fuite (C)**, entre les tubes d'épuration A<sub>1</sub> et A<sub>2</sub> et le barboteur B. Ce robinet permet de maintenir un faible courant d'oxygène dans le vase à saturation (4.3.1) et d'éviter ainsi la remontée de la solution de peroxyde d'hydrogène (3.1) dans le barboteur B (4.3.2).

## 5 Mode opératoire

### 5.1 Prise d'essai

Peser  $1 \pm 0,001$  g d'échantillon dans une nacelle (4.2.7). Dans le cas des fortes teneurs en zinc, en particulier dans les laitons, ajouter à l'échantillon dans la nacelle cinq fois sa masse d'étain pur (voir 7.1).

### 5.2 Essai à blanc

La calcination du tube à combustion et des nacelles rend inutile l'exécution de l'essai à blanc de ceux-ci. Dans le cas des fortes teneurs en zinc, un essai à blanc doit être effectué en utilisant la même masse d'étain que celle déjà introduite dans la nacelle à combustion.

### 5.3 Dosage

Porter le four F (4.2.8) à la température de 1 250 °C. Vérifier que l'eau circule dans le serpentin r (4.2.10) et brancher le tube à combustion T (4.2.6) à ses deux extrémités.

Ouvrir les robinets R (4.2.3) et C (4.3.3) et faire passer un courant d'oxygène dans le dispositif en réglant le débit à 2,5 l/min à l'aide du détendeur-débitmètre D (4.2.1).

Fermer le robinet R et régler le débit de la dérivation d'oxygène à 0,5 l/min à l'aide du robinet C. Introduire dans le vase d'absorption (4.3.1) 40 ml de la solution de peroxyde d'hydrogène (3.1), 160 ml d'eau et 4 à 6 gouttes d'indicateur (3.4). Plonger le barboteur B (4.3.2) dans la solution. Amener l'indicateur à coloration violette par addition de solution d'acide sulfurique (3.2), si nécessaire.

Ouvrir le robinet R et faire passer le débit d'oxygène de 2,5 l/min par tout le système pendant 2 min afin d'en éliminer le dioxyde de carbone. Parfaire le réglage du détendeur-débitmètre D (4.2.1).

Fermer le robinet R et ajouter de la solution de borate de sodium (3.3) dans le vase d'absorption jusqu'à neutralisation de la solution : l'indicateur vire du violet au vert en passant par le bleu. Arrêter l'addition de solution titrante lorsque la coloration passe du bleu-vert au vert franc.

Retirer le bouchon de la tête de four. Introduire la nacelle (4.2.7) contenant la prise d'essai dans la partie la plus chaude du four au moyen d'une tige en métal réfractaire.

Fermer le tube à combustion et attendre 2 min. Ouvrir lentement le robinet R, puis faire passer le courant d'oxygène dans le tube à combustion pendant 2 min et refermer le robinet R. Enlever le bouchon et retirer la nacelle (voir 7.4).

Titrer la solution contenue dans le vase d'absorption avec la solution de borate de sodium (3.3) jusqu'à virage de l'indicateur au vert franc.

### 5.4 Essai de contrôle

Effectuer au préalable un essai de contrôle de l'appareillage en utilisant un échantillon-type ou synthétique à teneur connue en soufre. Suivre le mode opératoire décrit en 5.1 à 5.3.

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

## 6 Expression des résultats

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

$$S = \frac{0,0001 \times V}{m} \times 100$$

$$= \frac{V}{100 m}$$

où

$V$  est le volume, en millilitres, de solution de borate de sodium (3.3) utilisé lors du titrage;

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

0,000 1 est la masse, en grammes, de soufre correspondant à 1 ml de solution de borate de sodium (3.3).

Dans le cas des fortes teneurs en zinc, déduire l'essai à blanc sur l'étain de la teneur calculée en soufre.

## 7 Notes sur le mode opératoire

### 7.1 Analyse des alliages de cuivre à fortes teneurs en zinc

La méthode est applicable aux alliages de cuivre à fortes teneurs en zinc, en particulier aux alliages de cuivre-zinc (laitons), en ajoutant à l'échantillon, dans la nacelle de combustion, cinq fois sa masse d'étain pur. Faute de cette précaution, le zinc distille en cours de chauffage et l'oxyde de zinc ainsi formé fausse le dosage volumétrique du soufre.

### 7.2 Traitement préalable du tube à combustion

Lorsqu'un tube neuf est utilisé, la plus grande longueur possible de celui-ci doit être calcinée à la température d'utilisation (1 250 °C) ou, s'il se peut, à une température plus élevée, en le déplaçant longitudinalement dans le four.

### 7.3 Calcination des nacelles à combustion

Effectuer cette calcination le jour même de l'utilisation. Conserver les nacelles dans un dessiccateur. Contrôler l'absence de soufre par un essai à blanc.

### 7.4 Dosages multiples

Une série de 5 à 6 dosages peut être effectuée avec le même barboteur et la même solution d'absorption. Pour diminuer les temps morts le plus possible, on peut introduire une autre prise d'essai dès que la combustion de la précédente est terminée, ce

qui permet de profiter de l'attente de 2 min avant le passage de l'oxygène pour effectuer le titrage.

## 8 Procès-verbal d'essai

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

- a) identification de l'échantillon;
- b) référence à la méthode utilisée;
- c) les résultats, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;
- d) tous les détails particuliers éventuels relevés au cours de l'essai;
- e) tous les détails opératoires non prévus dans la présente Norme internationale ou considérés comme facultatifs et qui auraient pu agir sur les résultats.

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

[ISO 7266:1984](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/99dd4c6a-7bfa-4999-855e-6d0ba46af5f0/iso-7266-1984>

Page blanche

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

ISO 7266:1984

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/99dd4c6a-7bfa-4999-855e-6d0ba46af5f0/iso-7266-1984>