
**Alliages de nickel — Dosage du fer — Méthode
titrimétrique avec le dichromate de potassium**

iTeh STANDARD PREVIEW
*Nickel alloys — Determination of iron content — Titrimetric method with potassium
dichromate*
(standards.iteh.ai)

[ISO 7528:1989](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/97fc83cd-7bcf-4885-9be1-1a2004b6224c/iso-7528-1989)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/97fc83cd-7bcf-4885-9be1-
1a2004b6224c/iso-7528-1989](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/97fc83cd-7bcf-4885-9be1-1a2004b6224c/iso-7528-1989)



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 en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

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. Les Normes internationales sont approuvées conformément aux procédures de l'ISO qui requièrent l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 7528 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 155, *Nickel et alliages de nickel*.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/97fc83cd-7bcf-4885-9be1-1a2004b6224c/iso-7528-1989>

L'annexe A de la présente Norme internationale est donnée uniquement à titre d'information.

© ISO 1989

Droits de reproduction réservés. Aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

Organisation internationale de normalisation
Case postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse

Imprimé en Suisse

Alliages de nickel — Dosage du fer — Méthode titrimétrique avec le dichromate de potassium

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode titrimétrique pour la détermination de la teneur en fer des alliages de nickel, dans une plage variant entre 1 % (*m/m*) et 50 % (*m/m*). Cette méthode est seulement applicable à des alliages dont la teneur en vanadium est inférieure à 0,2 % (*m/m*). Des compositions types de certains alliages de nickel sont indiquées dans l'annexe A.

2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties pertinentes des accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 385-1 : 1984, *Verrerie de laboratoire — Burettes — Partie 1: Spécifications générales.*

ISO 648 : 1977, *Verrerie de laboratoire — Pipettes à un trait.*

ISO 1042 : 1983, *Verrerie de laboratoire — Fioles jaugées à un trait.*

ISO 5725 : 1986, *Fidélité des méthodes d'essai — Détermination de la répétabilité et de la reproductibilité d'une méthode d'essai normalisée par essais interlaboratoires.*

3 Principe

Mise en solution d'une prise d'essai dans un mélange d'acide nitrique-acide chlorhydrique et oxydation du chrome en chrome(VI) par l'acide perchlorique.

Précipitation du fer à l'aide d'ammoniaque et mise en solution du précipité dans l'acide chlorhydrique.

Reprécipitation et mise en solution du fer.

Réduction du fer(III) avec un léger excès de chlorure d'étain(II) et oxydation de l'excès avec du chlorure de mercure(II).

Addition d'un mélange d'acide sulfurique et d'acide phosphorique et titrage du fer(II) avec du dichromate de potassium, en utilisant le diphénylamine sulfonate comme indicateur.

4 Réactifs

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

4.1 **Ammoniaque**, $\rho_{20} = 0,89$ g/ml.

4.2 **Ammoniaque**, $\rho_{20} = 0,89$ g/ml, dilué 1+2.

4.3 **Acide chlorhydrique**, $\rho_{20} = 1,18$ g/ml.

4.4 **Acide chlorhydrique**, $\rho_{20} = 1,18$ g/ml, dilué 1+1.

4.5 **Acide chlorhydrique**, $\rho_{20} = 1,18$ g/ml, dilué 1+50.

4.6 **Acide perchlorique** (HClO_4), $\rho_{20} = 1,66$ g/ml.

4.7 **Ammoniaque**, solution de lavage.

Avec précaution, ajouter 20 ml d'ammoniaque ($\rho_{20} = 0,89$ g/ml) à 1 litre d'eau chaude. Préparer cette solution suivant les besoins.

4.8 **Chlorure d'étain(II)**, solution.

Dissoudre 5g de dihydrate de chlorure d'étain(II) ($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) dans 10 ml d'acide chlorhydrique ($\rho_{20} = 1,18$ g/ml). Amener à ébullition et diluer à 100 ml. Préparer cette solution juste avant l'emploi.

NOTE — Il est possible de conserver cette solution dans une bouteille de verre brune en y ajoutant des granules ou de la mousse d'étain.

4.9 **Chlorure de mercure(II)**, solution saturée.

AVERTISSEMENT — Le chlorure de mercure(II) est très toxique. Les précautions nécessaires doivent être prises lors de la manipulation de ce produit chimique.

Ajouter de 60 g à 100 g de chlorure de mercure(II) (HgCl_2) à 400 ml d'eau chaude, agiter et laisser refroidir à la température ambiante. Il est possible d'ajouter de l'eau de temps à autre, dans la mesure où les cristaux ne se dissolvent pas.

4.10 Acide nitrique-acide chlorhydrique, mélange.

AVERTISSEMENT — Ce mélange d'acides est très corrosif et instable. Des gaz toxiques (chlore) sont libérés. Il doit être préparé et utilisé sous une hotte et ne doit pas être conservé dans des récipients fermés.

Avec précaution, mélanger 25 ml d'acide nitrique ($\rho_{20} = 1,41$ g/ml) et 75 ml d'acide chlorhydrique ($\rho_{20} = 1,18$ g/ml). Ce mélange n'est pas stable et doit être préparé juste avant l'usage.

4.11 Acide sulfurique-acide phosphorique, mélange.

En brassant constamment, ajouter lentement 150 ml d'acide sulfurique (H_2SO_4 , $\rho_{20} = 1,84$ g/ml) à 500 ml d'eau. Laisser refroidir la solution et ajouter 150 ml d'acide phosphorique (H_3PO_4 , $\rho_{20} = 1,83$ g/ml). Mélanger, laisser refroidir et diluer à 1 litre.

4.12 Dichromate de potassium, solution titrée, $c(1/6 K_2Cr_2O_7) = 0,035$ mol/l.

Dissoudre exactement 1,716 1 g de dichromate de potassium ($K_2Cr_2O_7$, 99,95 % de pureté minimale), préalablement séché à 105 °C pendant 1 h, dans 500 ml d'eau. Transvaser dans une fiole jaugée de 1 000 ml et diluer au volume avec de l'eau et homogénéiser.

4.13 Diphénylamine sulfonate de sodium, solution d'indicateur.

Dissoudre 0,20 g de diphénylamine sulfonate de sodium ($C_{12}H_{11}NHC_6H_4SO_3Na$) dans 100 ml d'eau. Conserver la solution dans une bouteille en verre teinté foncé.

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Burette, d'une capacité de 50 ml, graduée en 0,1 ml, conforme aux spécifications de l'ISO 385-1, classe A.

5.2 Pipettes, conformes aux spécifications de l'ISO 648, classe A.

5.3 Fioles jaugées, à un trait, conformes aux spécifications de l'ISO 1042, classe A.

6 Échantillonnage et préparation des échantillons

6.1 L'échantillonnage et la préparation des échantillons pour laboratoire doivent se faire par des méthodes agréées par les deux parties ou, en cas de litige, suivant les règles de la Norme internationale appropriée.

6.2 L'échantillon pour laboratoire se présente généralement sous la forme de copeaux de fraisage ou de perçage, et aucune préparation ultérieure n'est nécessaire.

6.3 Si l'on pense que l'échantillon pour laboratoire a été pollué par de l'huile ou de la graisse au cours du fraisage ou du perçage, on doit le nettoyer par lavage dans de l'acétone à haute pureté, suivi d'un séchage à l'air.

6.4 Si l'échantillon pour laboratoire contient des particules ou des morceaux de granulométrie de tailles différentes, la prise d'essai peut être obtenue par une méthode de division au diviseur à lames.

7 Mode opératoire

AVERTISSEMENT — Les vapeurs d'acide perchlorique constituent un oxydant puissant et peuvent produire des explosions en présence de matières organiques. Toute évaporation doit être effectuée sous des hottes convenant à l'acide perchlorique.

7.1 Préparation de la solution d'essai

7.1.1 Peser une prise d'essai contenant entre 10 mg et 60 mg de fer suivant le tableau 1, et la transvaser dans un bécher de forme haute de 400 ml ou 600 ml de capacité.

Tableau 1 — Masse de l'échantillon à prélever

Teneur présumée en fer % (m/m)	Masse de l'échantillon g	Justesse du pesage g
1 à 5	1,0 à 1,2	0,002
5 à 10	0,5 à 0,6	0,001
10 à 25	0,20 à 0,21	0,000 5
25 à 50	0,10 à 0,11	0,000 2

7.1.2 Ajouter 25 ml du mélange acide nitrique-acide chlorhydrique (4.10) et chauffer jusqu'à la mise en solution de l'échantillon et la disparition des vapeurs nitreuses. Si l'alliage résiste à la mise en solution, ajouter de l'acide chlorhydrique (4.3) par incréments de 1 ml et continuer à chauffer pour dissoudre l'échantillon. Dans le cas de certains alliages, un mélange acide composé de 30 ml d'acide chlorhydrique et de 2 ml d'acide nitrique est plus efficace.

NOTE — Si l'échantillon pour laboratoire est constitué de grosses pièces, il est possible de prélever une prise d'essai de 1 g pour des teneurs en fer supérieures à 10 % (m/m). Transvaser la solution dans une fiole jaugée de 250 ml; prélever, avec une pipette, une prise de 50 ml pour une teneur en fer variant entre 10 % (m/m) et 25 % (m/m), ou une prise de 25 ml pour une teneur en fer variant entre 25 % (m/m) et 50 % (m/m) et procéder suivant 7.1.3.

7.1.3 Ajouter 15 ml d'acide perchlorique (4.6) et évaporer jusqu'à dégagement de fumées blanches denses. Continuer le chauffage jusqu'à ce que la solution bouille rapidement pendant 1 min afin de s'assurer que le chrome est entièrement oxydé. Laisser refroidir la solution, diluer à 200 ml avec de l'eau chaude, ajouter 10 ml d'acide chlorhydrique (4.3) et agiter.

7.1.4 Ajouter de l'ammoniaque (4.1) graduellement jusqu'à ce que le précipité formé se dissolve lentement et que le complexe nickel-ammine soit complètement formé. Ajouter rapidement

25 ml en excès. Chauffer doucement la solution de 2 min à 3 min afin de permettre la coagulation du précipité d'hydroxyde de fer(III). Ajouter 5 ml supplémentaires d'ammoniaque afin de maintenir l'alcalinité, puis filtrer à l'aide d'un papier de 15 cm de porosité moyenne. Rincer le bécher et laver à fond le précipité dans une solution d'ammoniaque chaude (4.7).

7.1.5 Laver à l'eau froide le précipité du papier filtre dans le bécher initial. Mettre en solution toutes les particules restantes du papier filtre à l'aide de 25 ml d'acide chlorhydrique chaud dilué 1+1 (4.4) et recueillir la solution dans le bécher initial. Laver à fond le papier filtre avec de l'acide chlorhydrique dilué 1+50 (4.5). Mettre en solution toutes les particules d'hydroxyde de fer(III) adhérant aux parois du bécher en ajoutant goutte à goutte de l'acide chlorhydrique dilué 1+1. Chauffer jusqu'à la mise en solution complète du précipité.

7.1.6 Diluer la solution jusqu'à 200 ml avec de l'eau chaude et reprécipiter l'hydroxyde de fer(III) en ajoutant lentement de l'ammoniaque diluée 1+2 jusqu'à ce que la précipitation soit complète. Ajouter 25 ml en excès et chauffer doucement la solution de 2 min à 3 min afin de permettre la coagulation du précipité de fer.

7.1.7 Ajouter 5 ml d'ammoniaque diluée 1+2 afin de maintenir l'alcalinité et filtrer à l'aide d'un papier de 15 cm de porosité moyenne. Laver le bécher et le précipité à fond avec la solution de lavage chaude à l'ammoniaque (4.7).

7.1.8 Laver le précipité du papier filtre dans le bécher initial avec de l'eau, remettre en solution toute particule restante sur le papier filtre avec environ 25 ml d'acide chlorhydrique chaud dilué 1+1 (4.4) et recueillir la solution dans le bécher initial. Laver le papier filtre à fond avec de l'acide chlorhydrique dilué 1+50 (4.5). Mettre en solution les particules d'hydroxyde de fer(III) adhérant aux parois du bécher en ajoutant goutte à goutte de l'acide chlorhydrique dilué 1+1. Chauffer jusqu'à la mise en solution complète du précipité.

7.1.9 Réduire par évaporation la solution de fer à environ 30 ml et rincer les parois du bécher avec un minimum d'eau. Amener la solution à ébullition et ajouter doucement, goutte à goutte, la solution de chlorure d'étain(II) (4.8) jusqu'à disparition de la couleur jaune du fer(III), puis ajouter 1 ou 2 gouttes. Ajouter 200 ml d'eau froide et laisser refroidir rapidement à la température ambiante.

NOTE — Le volume d'acide chlorhydrique, dilué 1+1, ne devrait pas dépasser 30 ml pour obtenir une réduction efficace du fer(III) avec le chlorure d'étain(II).

7.2 Dosage

7.2.1 Ajouter 10 ml de la solution de chlorure de mercure(II) (4.9) à la solution diluée obtenue en 7.1.9, bien agiter et laisser reposer pendant environ 5 min. Si le fer a été adéquatement réduit, un précipité de chlorure de mercure(I) légèrement soyeux doit se former en moins de 2 min. Si un précipité noir est obtenu, cela signifie qu'une trop grande quantité de chlorure d'étain(II) a été utilisée et il faut abandonner la détermination.

7.2.2 Ajouter 10 ml du mélange acide sulfurique-acide phosphorique (4.11) et 2 ou 3 gouttes de l'indicateur diphénylamine sulfonate de sodium (4.13).

7.2.3 Titrer le fer avec la solution titrée de dichromate de potassium (4.12). Plus on se rapproche du point final, plus la couleur devient d'un vert bleuté qui virera à un pourpre permanent ou à un bleu-violet à l'addition d'une autre goutte de la solution de dichromate de potassium. Noter le volume du réactif de titrage.

7.3 Essai à blanc

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

NOTE — Le fer(III) doit être présent dans la solution pour obtenir le point final pourpre. Si la couleur n'est pas obtenue, le blanc est inférieur à l'équivalent d'une goutte de sulfate de fer(II) à 0,02 mol/l qui contient suffisamment de fer pour atteindre le point final.

7.4 Nombre de dosages

Effectuer le dosage au moins en double.

8 Expression des résultats

8.1 Méthode de calcul

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

$$\frac{(V_1 - V_0) \times c \times 0,055\ 85}{m} \times 100$$

où

V_0 est le volume, en millilitres, de la solution de dichromate de potassium (4.12) utilisé pour l'essai à blanc;

V_1 est le volume en millilitres, de la solution de dichromate de potassium utilisé pour le dosage;

c est la concentration réelle, exprimée en moles de $1/6\ K_2Cr_2O_7$ par litre, de la solution de dichromate de potassium (4.12);

0,555 85 est la masse, en grammes, de fer correspondant à 1,00 ml de la solution de dichromate de potassium, $c(1/6\ K_2Cr_2O_7) = 1,000\ mol/l$;

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

8.2 Fidélité

8.2.1 Essais en laboratoire

Quatorze laboratoires de six pays ont participé aux essais inter-laboratoires des méthodes d'analyse des alliages de nickel. Neuf de ces laboratoires ont remis une série complète de résultats aux fins de la présente Norme internationale. Cinq échantillons de la composition nominale indiquée dans le tableau 2 ont été analysés en double à différents jours.

Tableau 2 – Composition nominale des échantillons [% (m/m)]

Référence de l'échantillon	Al	Co	Cr	Cu	Fe	Mn	Ni	Si	Ti
825	0,2	0,07	21	1,6	30	0,7	le reste	0,4	1,1
902	0,4	0,05	5	0,04	48	0,4	le reste	0,35	2,5
3 920	0,15	2	19	0,1	3	0,3	le reste	0,6	2,3
3 927	0,1	1	20	0,05	44	0,4	le reste	0,8	0,6
7 049	1	0,01	15	0,15	7	0,8	le reste	0,3	2,3

8.2.2 Analyse statistique

8.2.2.1 Les résultats du programme d'essais interlaboratoires ont été évalués selon l'ISO 5725, au moyen des résultats obtenus en double. Les données ont été analysées conformément aux tests de Cochran et de Dixon indiqués dans l'ISO 5725, afin de déterminer toute valeur statistiquement aberrante.

8.2.2.2 Suivant le principe du test de Cochran, une série de résultats est aberrante si la variance intralaboratoire est trop grande par rapport aux autres. Le test de Dixon permet de déterminer s'il y a un trop grand écart entre la moyenne d'un laboratoire et celle des autres. Les deux tests ont été effectués au niveau de probabilité de 95 %.

8.2.2.3 La répétabilité et la reproductibilité ont été calculées d'après l'ISO 5725 à un niveau de probabilité de 95 %. Les résultats de l'analyse statistique sont indiqués dans le tableau 3.

8.2.2.4 Aucun résultat n'a été rejeté pour s'être révélé aberrant.

9 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

- a) la référence de la méthode utilisée;
- b) les résultats de l'analyse;
- c) le nombre de répétitions indépendantes;
- d) le compte rendu de tous les détails inhabituels relevés au cours de l'analyse;
- e) le compte rendu de toutes les opérations non prévues dans la présente Norme internationale ou considérées comme facultatives.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/97fc83cd-7bcf-4885-9be1-1a2004b6224c/iso-7528-1989>

Tableau 3 – Résultats de l'analyse statistique [% (m/m)]

Référence de l'échantillon	Moyenne	Écart-type intralaboratoire	Écart-type interlaboratoire	Répétabilité	Reproductibilité
825	29,99	0,138	0,282	0,39	0,89
902	47,77	0,087	0,226	0,24	0,68
3 920	3,00	0,015	0,011	0,043	0,052
3 927	44,03	0,102	0,330	0,29	0,98
7 049	7,01	0,027	0,086	0,075	0,25

Annexe A (informative)

Exemples de composition de certains alliages de nickel

Les exemples de composition figurant dans le tableau A.1 ne doivent pas être interprétés comme des spécifications de compositions chimiques.

Tableau A.1 — Exemples de composition de certains alliages de nickel [% (m/m)]¹⁾

Alliage ²⁾	Al	B	C	Co ³⁾	Cr	Cu	Fe	Mn	Mo	Ni	P	S	Si	Ti	Autres
A	—	—	0,30	—	—	28,0 34,0	2,5	2,0	—	63,0 ⁴⁾	—	0,025	0,5	—	—
B	—	—	0,15	—	14,0 17,0	0,5	6,0 10,0	1,0	—	72,0 ⁴⁾	—	0,015	0,5	—	—
C	0,4 1,0	—	0,08	—	14,0 17,0	0,5	5,0 9,0	1,0	—	70,0 ⁴⁾	—	0,015	0,5	2,2 2,8	Nb plus Ta 0,7 à 1,2
D	0,2 0,8	0,006	0,08	—	17,0 21,0	0,3	Le reste	0,4	2,8 3,3	50,0 55,0	0,015	0,015	0,4	0,6 1,2	Nb plus Ta 4,7 à 5,5
E	0,15 0,60	—	0,10	—	19,0 23,0	0,7	Le reste	1,5	—	30,0 35,0	—	0,015	1,0	0,15 0,60	—
F	—	—	0,08 0,15	5,0	18,0 21,0	0,5	5,0	1,0	—	Le reste ⁴⁾	—	0,020	1,0	0,2 0,6	Pb 0,005
G	1,0 2,0	0,020	0,13	15,0 21,0	18,0 21,0	0,2	1,5	1,0	—	Le reste	—	0,015	1,0	2,0 3,0	Zr 0,15
H	4,5 4,9	0,003 0,010	0,12 0,17	18,0 22,0	14,0 15,7	0,2	1,0	1,0	4,5 5,5	Le reste	—	0,015	1,0	0,9 1,5	Zr 0,15
I	0,3 0,6	0,005	0,04 0,08	19,0 21,0	19,0 21,0	0,2	0,7	0,6	5,6 6,1	Le reste	—	0,007	0,4	1,9 2,4	Ti plus Al 2,4 à 2,8
J	—	—	0,02	1,0	1,0	—	2,0	1,0	26,0 30,0	Le reste ⁴⁾	0,040	0,035	0,1	—	—
K	1,2 1,6	0,003 0,010	0,02 0,10	12,0 15,0	18,0 21,0	0,1	2,0	1,0	3,5 5,0	Le reste	0,015	0,015	0,1	2,8 3,3	Zr 0,02 à 0,08
L	—	—	0,02	2,5	14,5 16,5	—	4,0 7,0	1,0	15,0 17,0	Le reste	0,040	0,035	0,08	—	V 0,35 W 3,0 à 4,5

1) Les valeurs individuelles sont des limites maximales, sauf pour le nickel où ce sont des minimums.

2) On a utilisé des lettres pour les alliages au lieu des appellations commerciales, en attendant la normalisation d'une désignation ISO neutre.

3) Lorsqu'aucune limite n'est fixée, la teneur maximale en cobalt est de 1,5 % (m/m).

4) Le cobalt compte dans certains alliages comme du nickel.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 7528:1989

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/97fc83cd-7bcf-4885-9be1-1a2004b6224c/iso-7528-1989>

CDU 543.24 : 669.245 : 546.72

Descripteurs : nickel, alliage de nickel, analyse chimique, dosage, fer, méthode volumétrique.

Prix basé sur 5 pages
