
Norme internationale



7692

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

Ferro-titane — Dosage du titane — Méthode titrimétrique

Ferrotitanium — Determination of titanium content — Titrimetric method

Première édition — 1983-12-15

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 7692:1983](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e33f17c7-c153-4899-9ac8-c475d2561da8/iso-7692-1983)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e33f17c7-c153-4899-9ac8-c475d2561da8/iso-7692-1983>

CDU 669.15'295-198 : 543.24 : 546.82

Réf. n° : ISO 7692-1983 (F)

Descripteurs : ferro-alliage, ferro-titane, analyse chimique, dosage, titane, 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 7692 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 132, *Ferro-alliages*, et a été soumise aux comités membres en mai 1982.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée : [ISO 7692:1983](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e33f17c7-c153-4899-9ac8-c475d2501d4a/iso-7692-1983)

| | | |
|-------------------------|---------|-----------------|
| Afrique du Sud, Rép. d' | Espagne | Norvège |
| Autriche | France | Polongie |
| Brésil | Inde | Roumanie |
| Canada | Iran | Royaume-Uni |
| Chine | Italie | Suède |
| Corée, Rép. de | Japon | Tchécoslovaquie |
| Égypte, Rép. arabe d' | Mexique | URSS |

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

Australie

Ferro-titane — Dosage du titane — Méthode titrimétrique

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode titrimétrique de dosage du titane dans le ferro-titane.

La méthode est applicable aux ferro-titane contenant de 20 à 80 % (*m/m*) de titane.

2 Référence

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

3 Principe

Mise en solution d'une prise d'essai par les acides sulfurique, fluorhydrique, nitrique et chlorhydrique.

Séparation des éléments gênants (chrome, vanadium, molybdène et étain), s'il y a lieu, par précipitation de l'hydroxyde de titane en présence de peroxyde d'hydrogène.

Réduction du titane à l'état de Ti^{3+} par l'aluminium métal en atmosphère de dioxyde de carbone ou d'azote.

Titrage du Ti^{3+} par une solution titrée de sulfate de fer(III) et d'ammonium en présence de thiocyanate 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 Aluminium, pur à 99,5 % au moins, sous forme de feuille de 0,05 mm d'épaisseur, exempt de titane.

4.2 Hydrogénocarbonate de sodium ($NaHCO_3$).

4.3 Acide nitrique, ρ 1,42 g/ml.

4.4 Acide sulfurique, ρ 1,84 g/ml.

4.5 Acide chlorhydrique, ρ 1,19 g/ml.

4.6 Acide fluorhydrique, ρ 1,14 g/ml.

4.7 Acide sulfurique, dilué (1 + 1).

Ajouter, avec précaution, 1 volume d'acide sulfurique (4.4) à 1 volume d'eau. Refroidir en mélangeant.

4.8 Acide sulfurique, dilué (1 + 4).

Ajouter, avec précaution, 1 volume d'acide sulfurique (4.4) à 4 volumes d'eau. Refroidir en mélangeant.

4.9 Hydroxyde de sodium, solution à 100 g/l.

4.10 Hydroxyde de sodium, solution à 20 g/l.

4.11 Thiocyanate d'ammonium, solution à 100 g/l.

4.12 Azote, pratiquement exempt d'oxygène (moins de 10 ppm par volume), de pureté 99,998 %, ou **dioxyde de carbone** de pureté équivalente.

4.13 Peroxyde d'hydrogène, solution à 30 %, soit 100 volumes.

1) Actuellement au stade de projet.

4.14 Sulfate de fer(III) et d'ammonium
 $[\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 24\text{H}_2\text{O}]$, solution titrée.

Introduire 10,2 g de sulfate de fer(III) et d'ammonium dans un bécher de 400 ml. Ajouter 100 ml d'eau froide et 50 ml d'acide sulfurique (4.7). Transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 1 000 ml et compléter au volume.

1 ml de cette solution correspond à environ 1 mg de titane.

4.15 Sulfate de fer(III), solution.

Dissoudre 2 g de fer pur (par exemple BCS 149/3) dans 50 ml d'acide chlorhydrique (4.5), oxyder avec 10 ml d'acide nitrique (4.3), ajouter 40 ml de la solution d'acide sulfurique (4.7) et évaporer à fumées blanches. Refroidir, diluer à 200 ml, porter à ébullition et maintenir durant 15 min. Refroidir, transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 500 ml et compléter au volume.

4.16 Éponge de titane, ou autre titane métallique, de pureté supérieure à 99,9 % de titane.

4.17 Titane, solution étalon correspondant à 0,500 0 g de Ti par litre, préparée selon une des méthodes suivantes.

4.17.1 Préparation à partir de dioxyde de titane

Peser $0,834 0 \pm 0,000 2$ g de dioxyde de titane, préalablement calciné durant 2 h à 800 °C, l'attaquer doucement par 10 g de pyrosulfate de potassium soit dans une capsule en platine munie d'un couvercle de même nature, soit dans une capsule en quartz de 170 ml de capacité munie d'un couvercle forme assiette ou dans une fiole conique en quartz.

Après refroidissement, dissoudre le produit de fusion directement dans la capsule ou la fiole conique en quartz par 100 ml d'eau chaude, puis transvaser la solution dans un bécher de 400 ml. Rincer plusieurs fois la capsule ou la fiole conique en quartz.

Lorsqu'on emplit une capsule en platine, placer celle-ci, après refroidissement, dans un bécher de 400 ml avec 100 ml d'eau chaude pour dissoudre le produit de fusion; lorsque le produit est dissous, retirer la capsule en la rinçant plusieurs fois à l'eau.

Ajouter 50 ml de la solution d'acide sulfurique (4.8) à la solution du produit de fusion. Chauffer doucement sur plaque chauffante jusqu'à éclaircissement complet de la solution. Refroidir, transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

4.17.2 Préparation à partir de hexafluorotitanate de potassium

Peser $2,506 0 \pm 0,000 2$ g d'hexafluorotitanate de potassium (K_2TiF_6), préalablement séchés durant 2 h à 105 °C, dans une capsule en platine. Placer la capsule dans un bécher de 100 ml, ajouter 50 ml de la solution d'acide sulfurique (4.8) et chauffer jusqu'à dissolution de l'hexafluorotitanate de potassium (environ 15 min). Refroidir, retirer le creuset du bécher, le rincer plusieurs fois avec de l'eau. Transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 1 000 ml et, après refroidissement, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Bêchers en PTFE, de 250 ml de capacité.

5.2 Bêchers en verre, de 600 ml de capacité.

5.3 Fiole conique ou ballon à fond plat, de 500 ml de capacité.

5.4 Soupape de Bunsen ou ampoule de Goeckel.

La soupape de Bunsen (voir figure 1) comprend un bouchon en caoutchouc (1) au travers duquel passent deux tubes en verre (2) et (6). Des tubes en caoutchouc (3), dont les extrémités supérieures sont obturées par des bouchons en verre (5), sont adaptés sur ces tubes en verre. Le tube en caoutchouc (3) adapté sur le tube en verre (2) est fendu (4) sur une longueur de 10 à 15 mm dans le milieu de sa longueur par une lame à rasoir. Le tube (6) qui arrive à une hauteur de 5 cm au-dessus du niveau de la solution à titrer permet l'introduction d'azote ou de dioxyde de carbone en remplaçant le tube en caoutchouc (3) par le tube d'alimentation en gaz.

5.5 Agitateur magnétique, muni d'un barreau revêtu de PTFE.

5.6 Appareil pour titrage en atmosphère d'azote (voir figure 2).

6 Échantillon

Utiliser l'échantillon sous forme de poudre passant à travers un tamis d'ouverture de maille de 160 µm, préparé conformément à l'ISO 3713.

7 Mode opératoire

7.1 Prise d'essai

Prélever une prise d'essai de $1 \pm 0,000 2$ g.

7.2 Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc parallèlement au dosage, en suivant le même mode opératoire et en utilisant la même quantité de tous les réactifs [à l'exception de la solution de sulfate de fer(III) et d'ammonium (4.14)], mais en omettant la prise d'essai.

7.3 Essai de contrôle

Contrôler la validité du mode opératoire en effectuant, parallèlement au dosage et en suivant le même mode opératoire, le(s) dosage(s) du titane dans un ou plusieurs échantillons de même nature à teneur(s) connue(s) en titane.

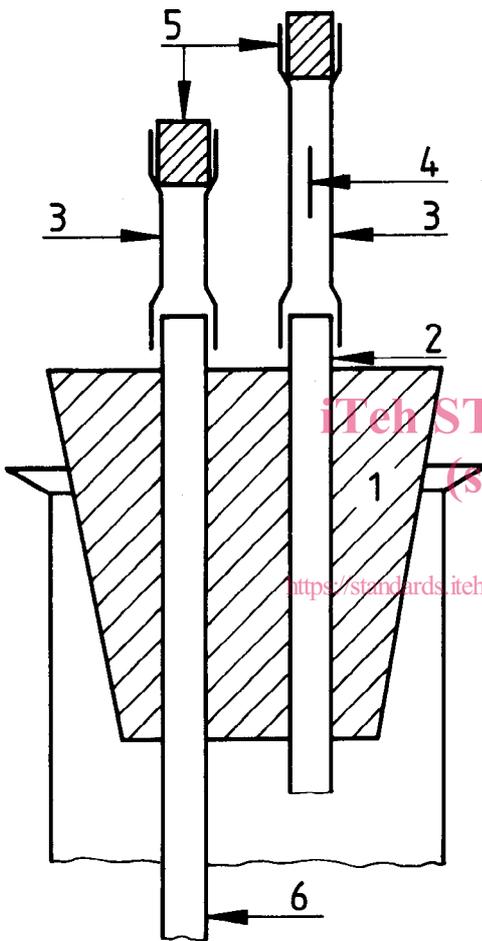


Figure 1 – Soupape de Bunsen

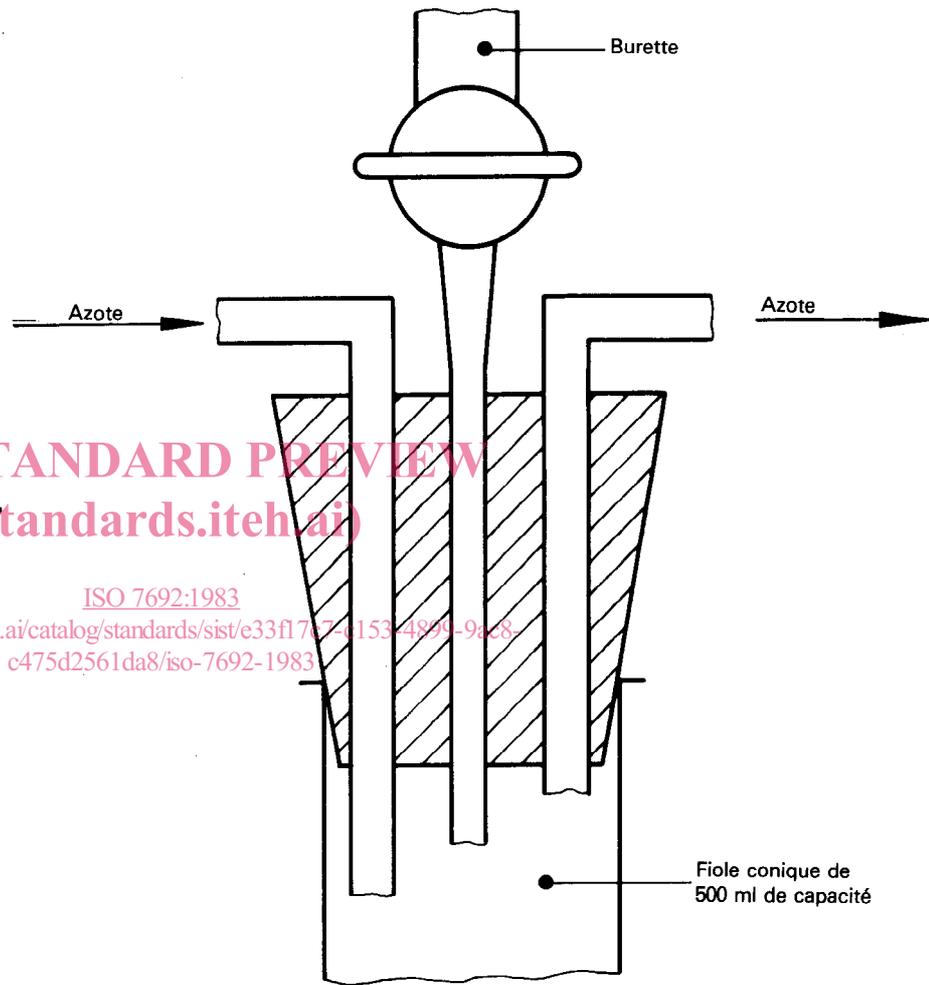


Figure 2 – Appareil pour titrage en atmosphère d'azote

7.4 Étalonnage de la solution de sulfate de fer(III) et d'ammonium

7.4.1 Méthode par éponge de titane

Effectuer le dosage sur une prise d'essai de 0,75 à 0,85 g d'éponge de titane (4.16).

7.4.2 Méthode par solution étalon de titane

Dans une fiole conique de 500 ml, introduire à la pipette 50 ml de la solution étalon de titane (4.17), 5 ml de la solution d'acide sulfurique (4.7) et 80 ml d'acide chlorhydrique (4.5).

Poursuivre comme spécifié en 7.5.3.2.

Effectuer un essai à blanc dans les mêmes conditions pour vérifier l'absence de titane dans les réactifs utilisés pour la préparation de la solution étalon.

7.5 Dosage

7.5.1 Mise en solution

Introduire la prise d'essai dans un bécher en PTFE de 250 ml (5.1). Ajouter environ 20 ml d'eau et 35 ml de la solution d'acide sulfurique (4.7). Lorsque la réaction est ralentie, ajouter 20 ml d'acide chlorhydrique (4.5) et 1 ml d'acide fluorhydrique (4.6), couvrir le bécher d'un couvercle en PTFE. Oxyder à froid par 5 ml d'acide nitrique (4.3) ajouté goutte à goutte.

La réaction étant terminée, retirer le couvercle et chauffer doucement jusqu'à dégagement de fumées blanches. Continuer le chauffage durant 5 min environ. Refroidir, ajouter 30 ml d'acide chlorhydrique (4.5), agiter doucement, couvrir et chauffer sur une plaque chauffante jusqu'à éclaircissement de la solution. Rincer le couvercle avec 5 ml d'acide chlorhydrique (4.5).

Refroidir et transvaser la solution dans une fiole jaugée de 500 ml, rincer le bécher et compléter au volume avec de l'eau (solution A).

Si la teneur présumée en titane de l'échantillon est de 20 à 45 % (*m/m*), prélever exactement 50 ml de la solution A; si la teneur présumée en titane est de 45 à 75 % (*m/m*), prélever exactement 25 ml de la solution A.

Transvaser cette partie aliquote dans un bécher de 250 ml forme basse contenant 10 ml de la solution de sulfate de fer(III) (4.15), si on sépare les éléments gênants, en procédant comme spécifié en 7.5.2, ou dans une fiole conique de 500 ml si on ne fait pas de séparation, en procédant comme spécifié en 7.5.3.1.

7.5.2 Séparation des éléments gênants

Ajouter 50 ml de la solution d'hydroxyde de sodium (4.9) et 2 ml de la solution de peroxyde d'hydrogène (4.13) à la partie

aliquote de la solution A dans un bécher de 250 ml, chauffer jusqu'à ébullition et maintenir durant 5 min. Laisser le précipité se rassembler et filtrer soit sur double filtre rapide, soit sur un filtre garni de pâte à papier. Après avoir transvasé la totalité du précipité d'hydroxyde sur le filtre, laver l'ensemble filtre et précipité avec la solution d'hydroxyde de sodium (4.10) et rincer le bécher et le précipité six fois avec environ 10 ml de la solution d'hydroxyde de sodium (4.10).

Rincer la tige de l'entonnoir avec de l'eau et placer l'entonnoir sur une fiole conique de 500 ml.

Dans le bécher de 250 ml, ajouter 45 ml d'acide chlorhydrique (4.5) et 15 ml de la solution d'acide sulfurique (4.8) et chauffer à une température de 60 à 70 °C. Avec ce mélange d'acides, dissoudre le précipité d'hydroxyde du filtre en l'ajoutant par fractions de 10 ml et en laissant chaque fraction de 10 ml s'écouler en totalité. Lorsque le bécher est vide, rajouter 35 ml d'acide chlorhydrique (4.5), les chauffer comme précédemment et laver le filtre avec des fractions de 10 ml environ d'acide chlorhydrique. Finalement, rincer le bécher et la tige de l'entonnoir avec de l'eau chaude (70 à 80 °C), le volume total ne devant pas être supérieur à 40 ml.

Procéder comme spécifié en 7.5.3.2.

7.5.3 Titrage

7.5.3.1 Absence d'éléments gênants

Ajouter 85 ml d'acide chlorhydrique (4.5) et 25 ml d'eau à la partie aliquote de la solution A dans une fiole conique de 500 ml.

Poursuivre comme spécifié en 7.5.3.2.

7.5.3.2 Réduction du titane

Ajouter à la solution (préparée en 7.5.2 ou 7.5.3.1) $2 \pm 0,2$ g d'hydrogénocarbonate de sodium (4.2) et $4 \pm 0,2$ g d'aluminium (4.1) découpés en plusieurs morceaux. Boucher immédiatement la fiole à l'aide d'une soupape de Bunsen ou d'une ampoule de Goeckel (voir 5.4) remplie d'une solution saturée d'hydrogénocarbonate de sodium.¹⁾ Agiter très souvent pendant la réduction.

7.5.3.3 Titration en atmosphère d'azote

Avant la dissolution totale de l'aluminium, connecter le tube plongeant (6) de la soupape de Bunsen à la source d'azote, après avoir retiré le tube en caoutchouc (3). Régler le débit d'azote à $0,7 \pm 0,1$ l/min. Lorsque l'aluminium est dissous (cessation de l'effervescence), plonger toute la fiole dans l'eau froide et laisser l'azote s'échapper par la fente (4) dans le tube en caoutchouc (3), jusqu'à ce que la solution soit à la température ambiante (environ 7 min sont nécessaires).

1) À la fin de la réduction, une aspiration peut se produire dans la soupape de Goeckel, il faut alors ajouter rapidement de la solution saturée d'hydrogénocarbonate de sodium.

Sans interrompre le courant d'azote, soulever la soupape de Bunsen et ajouter 10 ml de la solution de thiocyanate d'ammonium (4.11) et le barreau de l'agitateur magnétique (voir 5.5); rincer le tube plongeant (6) avec de l'eau bouillie froide et remplacer la soupape de Bunsen par le montage de titrage (voir figure 2) après l'avoir connecté avec la source d'azote.

Placer le tout sur un agitateur magnétique (5.5) et titrer à l'aide de la solution de sulfate de fer(III) et d'ammonium (4.14) jusqu'à obtention d'une teinte rose persistante.

7.5.3.4 Titration en atmosphère de dioxyde de carbone

Lorsque la dissolution de l'aluminium est terminée, refroidir la solution et retirer la soupape de Bunsen ou l'ampoule de Goeckel. Ajouter 10 ml de la solution de thiocyanate d'ammonium (4.11) et titrer à l'aide de la solution de sulfate de fer(III) et d'ammonium (4.14) jusqu'à obtention d'une teinte rose persistante.

8 Expression des résultats

8.1 Si la solution de sulfate de fer(III) et d'ammonium a été étalonnée en employant la méthode par éponge de titane (voir 7.4.1), la teneur en titane, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$\frac{m_1}{V_2 - V_1} \times \frac{V_3 - V_1}{m_2} \times 100$$

où

V_1 est le volume, en millilitres, de la solution de sulfate de fer(III) et d'ammonium (4.14) utilisé pour l'essai à blanc;

V_2 est le volume, en millilitres, de la solution de sulfate de fer(III) et d'ammonium (4.14) utilisé pour l'étalonnage par éponge de titane;

V_3 est le volume, en millilitres, de la solution de sulfate de fer(III) et d'ammonium (4.14) utilisé pour le dosage;

m_1 est la masse, en grammes, de l'éponge de titane (4.16) contenue dans la partie aliquote prélevée en 7.5.1;

m_2 est la masse, en grammes, de ferro-titane contenue dans la partie aliquote prélevée en 7.5.1.

8.2 Si la solution de sulfate de fer(III) et d'ammonium a été étalonnée en employant la méthode par solution étalon de titane (voir 7.4.2), la teneur en titane, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$\frac{m_1}{V_2 - V_1} \times \frac{V_3 - V_4}{m_2} \times 100$$

où

V_1 est le volume, en millilitres, de la solution de sulfate de fer(III) et d'ammonium (4.14) utilisé pour l'essai à blanc de l'étalonnage;

V_2 est le volume, en millilitres, de la solution de sulfate de fer(III) et d'ammonium (4.14) utilisé pour le titrage de 50 ml de la solution étalon de titane (4.17);

V_3 est le volume, en millilitres, de la solution de sulfate de fer(III) et d'ammonium (4.14) utilisé pour le dosage;

V_4 est le volume, en millilitres, de la solution de sulfate de fer(III) et d'ammonium (4.14) utilisé pour l'essai à blanc;

m_1 est la masse, en grammes, de titane contenue dans 50 ml de solution étalon de titane (4.17);

m_2 est la masse, en grammes, de ferro-titane contenue dans la partie aliquote prélevée en 7.5.1.

ISO 7692:1983

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e33f17c7-c153-4899-9ac8-c475d2561da8/iso-7692-1983>

9 Procès-verbal d'essai

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

- référence de la présente Norme internationale;
- identification de l'échantillon;
- résultat, ainsi que la forme sous laquelle il est exprimé;
- tous détails particuliers éventuels relevés au cours du dosage;
- détails de toutes opérations non prévues dans la présente Norme internationale ou facultatives.

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 7692:1983](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e33f17c7-c153-4899-9ac8-c475d2561da8/iso-7692-1983>