



Ferro-niobium — Dosage du niobium — Méthode gravimétrique

Ferroniobium — Determination of niobium content — Gravimetric method

0 Introduction

Les études des méthodes spécifiées dans le présent Rapport technique ont montré que ces méthodes n'étaient pas suffisamment précises pour être utilisées en tant que méthodes relevant d'une Norme internationale. C'est la raison pour laquelle il a été décidé de publier ces méthodes sous la forme d'un Rapport technique.

1 Objet et domaine d'application

Le présent Rapport technique décrit une méthode gravimétrique de dosage du niobium dans le ferro-niobium. Il spécifie également une méthode photométrique de dosage du titane dans le ferro-niobium (annexe A), une méthode gravimétrique de dosage des teneurs en titane supérieures à 1 % (*m/m*) (annexe B) et une méthode photométrique de dosage du tantale lorsque sa teneur est inférieure à 1 % (*m/m*) (annexe C).

Ces méthodes sont applicables aux ferro-niobiums ayant des teneurs de 40 à 75 % en niobium, de 0,25 à 8,0 % (*m/m*) en tantale et de 0,05 à 5,0 % (*m/m*) en titane.

Les interférences proviendront du bismuth éventuel, lequel apparaîtra dans la fraction de tantale, mais cet élément est rarement présent en concentrations supérieures à 0,005 % (*m/m*) dans le ferro-niobium. L'antimoine trivalent éventuellement présent est élué avec le titane et précipité avec le cupferron, mais ne gêne pas le dosage photométrique du titane.

2 Référence

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

3 Principe

Mise en solution d'une prise d'essai dans un mélange acide chlorhydrique/acide fluorhydrique et passage sur une colonne échangeuse d'anions. Élué du titane, du fer et d'autres éléments par un mélange de chlorure d'ammonium et d'acides chlorhydrique et fluorhydrique. Reprise de l'éluat par de l'acide borique et du cupferron, puis calcination du précipité contenant le titane, suivie d'une fusion avec de l'hydrogénosulfate de potassium et d'un lessivage à l'acide sulfurique dilué. Oxydation du titane en pertitanate jaune avec du peroxyde d'hydrogène. Dosage spectrophotométrique à environ 410 nm. Élimination du niobium par élué à l'aide d'un mélange de chlorure d'ammonium et d'acide fluorhydrique. Élimination du tantale par élué à l'aide d'une solution de chlorure d'ammonium et de fluorure d'ammonium de pH réglé à 5 à 6.

1) Actuellement au stade de projet.

CDU 669.15-198 : 543.7

Réf. n° : ISO/TR 7955-1982 (F)

Descripteurs : ferro-alliage, ferro-niobium, analyse chimique, dosage, niobium, méthode gravimétrique, titane, tantale.

© Organisation internationale de normalisation, 1982 ●

Reprise des éluats avec l'acide borique pour complexer les fluorures, puis précipitation de chacun des éléments, niobium et tantale, avec le cupferron, et enfin calcination et pesée du pentoxyde.

Pour le tantale en teneurs inférieures à 1 % (*m/m*), addition de zirconium, comme rassembleur, lors de la séparation du cupferron et conversion du tantale en complexe de pyrogallol. Dosage photométrique à environ 420 nm.

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 Acide nitrique ($\rho = 1,42$ g/ml).

4.2 Acide chlorhydrique ($\rho = 1,19$ g/ml).

4.3 Acide fluorhydrique ($\rho = 1,14$ g/ml).

4.4 Chlorure d'ammonium, solution à 240 g/l.

Mettre en solution 480 g de chlorure d'ammonium (NH_4Cl) dans 1 600 ml d'eau. Chauffer, refroidir, diluer à 2 000 ml et homogénéiser. Filtrer si nécessaire.

Utiliser cette solution de réserve pour préparer les solutions décrites en 4.5, 4.6 et 4.7.

4.5 Chlorure d'ammonium/fluorure d'ammonium, solution neutre.

Verser 600 ml de solution de chlorure d'ammonium (4.4) et 40 ml d'acide fluorhydrique (4.3) dans un bœcher en plastique. Régler le pH à 5 à 6 avec une solution d'hydroxyde d'ammonium [$c(\text{NH}_4\text{OH}) = 13$ mol/l; environ 80 à 85 ml], diluer à 1 000 ml avec de l'eau et homogénéiser.

NOTE — Préparer cette solution avec soin. Si le pH est trop bas, le volume spécifié n'éluera pas complètement le tantale. S'il est trop élevé, le tantale précipitera dans la colonne, d'où des erreurs dans les dosages en cours.

4.6 Mélange de chlorure d'ammonium/acide chlorhydrique/acide fluorhydrique.

Verser 240 ml de solution de chlorure d'ammonium (4.4), 200 ml d'acide fluorhydrique (4.3) et 150 ml d'acide chlorhydrique (4.2) dans un flacon en plastique. Diluer à 100 ml avec de l'eau et homogénéiser.

4.7 Mélange de chlorure d'ammonium/acide fluorhydrique.

Verser 600 ml de solution de chlorure d'ammonium (4.4) et 40 ml d'acide fluorhydrique (4.3) dans un flacon en plastique. Diluer à 1 000 ml avec de l'eau et homogénéiser.

4.8 Nitrate d'ammonium, solution de lavage à 20 g/l.

Dissoudre 20 g de nitrate d'ammonium (NH_4NO_3) dans de l'eau et diluer à 1 000 ml.

4.9 Acide borique (H_3BO_3).

4.10 Cupferron, solution à 60 g/l.

Dissoudre 60 g de cupferron dans 800 ml d'eau froide, diluer à 1 000 ml et filtrer.

Cette solution doit être préparée extemporanément au fur et à mesure des besoins et refroidie à 5 °C avant l'emploi.

4.11 Cupferron, solution de lavage.

Ajouter 25 ml de solution de cupferron (4.10) à 975 ml d'une solution d'acide chlorhydrique froid (1 + 9) et homogénéiser.

Préparer au fur et à mesure des besoins.

4.12 Mélange d'acide chlorhydrique/acide fluorhydrique.

Ajouter 250 ml d'acide chlorhydrique (4.2) dans 300 ml d'eau, puis 200 ml d'acide fluorhydrique (4.3), diluer à 1 000 ml avec de l'eau et homogénéiser.

4.13 Peroxyde d'hydrogène (H₂O₂), solution à 30 % (V/V).**4.14 Résine échangeuse d'ions.**

Résine anionique fortement basique, de granulométrie 200 à 400 mesh, (75 à 38 µm), avec enchaînements par liaisons transversales divinyle-benzène 8 à 10 %.

Les dimensions de mailles de la résine pouvant varier considérablement d'un lot à l'autre, sécher la résine à l'air et la faire passer par un tamis n° 270, d'ouverture de maille 53 µm.

NOTE — Le matériau retenu sur le tamis peut être utilisé à d'autres usages.

Éliminer la plupart des fines de la fraction passant sur le tamis de la manière suivante : préparer une suspension de résine dans une solution d'acide chlorhydrique (1 + 9). Laisser déposer la fraction la plus grossière 10 à 15 min et enlever les fines par décantation. Répéter l'opération plusieurs fois jusqu'à élimination de la majeure partie des matières très fines de la suspension.

4.15 Solution d'oxalate/citrate/acide sulfurique.

Dissoudre 35 g d'oxalate d'ammonium [(NH₄)₂C₂O₄ · H₂O] et 35 g de citrate d'ammonium diammonique [(NH₄)₂HC₈H₅O₇] dans 1 000 ml d'une solution d'acide sulfurique (1 + 39).

4.16 Pyrogallol [1, 2, 3 - bihydroxybenzène {C₆H₃(OH)₃}]**4.17 Hydroxyde de sodium, solution à 100 g/l.**

Dissoudre 20 g d'hydroxyde de sodium (NaOH) dans 150 ml d'eau, refroidir, diluer à 200 ml et homogénéiser. Conserver en flacon de plastique.

4.18 Tantale, solution étalon correspondant à 0,500 mg de Ta par litre.

Transvaser 0,122 1 g de peroxyde de tantale (Ta₂O₅) dans un creuset en platine. Ajouter 2,5 g d'hydrogénosulfate de potassium (KHSO₄) et chauffer pour fondre l'oxyde. Dissoudre le culot de fusion refroidi dans une solution chaude d'oxalate/citrate/acide sulfurique (4.15). Transvaser dans une fiole jaugée de 200 ml, refroidir, diluer au volume avec la solution d'oxalate/citrate/acide sulfurique (4.15) et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon correspond à 0,500 mg de Ta.

4.19 Titane, solution étalon correspondant à 0,100 mg de Ti par litre.

Verser 0,083 4 g d'oxyde de titane (IV) (TiO₂) dans un creuset en platine. Ajouter 1 g d'hydrogénosulfate de potassium et chauffer pour fondre l'oxyde. Refroidir et dissoudre le culot de fusion dans 50 ml d'une solution chaude d'acide sulfurique (1 + 9). Refroidir. Verser dans une fiole jaugée de 500 ml, compléter au volume avec la solution d'acide sulfurique (1 + 9) et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon correspond à 0,100 mg de Ti.

4.20 Zirconium, solution à 1 g/l.

Dissoudre 0,5 g de zirconium dans 10 ml d'acide fluorhydrique (4.3) dans un flacon en plastique et diluer à 500 ml.

NOTE — On peut remplacer le zirconium métallique par une masse équivalente de chlorure de zirconyle.

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et notamment :

5.1 Colonnes échangeuses d'ions.

5.1.1 Généralités

Ces colonnes doivent être construites en tuyaux de polystyrène d'environ 300 mm de long et de 25 mm de diamètre intérieur. Une colonne appropriée s'obtient de la manière suivante :

Obturer le fond d'un tuyau en polystyrène à l'aide d'un bouchon en caoutchouc enduit de cire, percé d'un trou de 5 mm de diamètre. Insérer dans le trou, au ras du bouchon, un tuyau en polystyrène de 150 mm de long, 5 mm de diamètre extérieur et 2 mm de diamètre intérieur. Rattacher à ce tuyau une autre longueur de 150 mm, l'assemblage étant fait à l'aide d'un tube en polyvinyle d'environ 50 mm de long, et placer un robinet de caoutchouc sur le tube en polyvinyle pour régler le débit.

Si l'on effectue plusieurs dosages, il est pratique de disposer les colonnes de manière à leur consacrer un minimum d'attention. C'est à cet effet que l'on a mis au point les colonnes en plastique à raccords en polystyrène. Les tubes d'entrée et de sortie sont en polystyrène; les raccords flexibles éventuels sont en polyvinyle. Le débit est réglé par des robinets en caoutchouc montés sur les raccords flexibles.

Le circuit doit être monté et vérifié soigneusement pour éviter toute fuite de solutions contenant de l'acide fluorhydrique.

5.1.2 Préparation de la colonne échangeuse d'ions

Placer au fond de la colonne une couche de 6 à 10 mm d'épaisseur de chlorure de polyvinyle en fibres plastiques résistant aux acides. Ajouter la résine en suspension (4.14) par petites quantités pour obtenir un dépôt de résine de 150 à 180 mm d'épaisseur. Laver la colonne avec environ 100 ml de solution d'acide nitrique (1 + 9), puis réaliser trois cycles d'éluion en alternant avec 100 ml de solution d'acide chlorhydrique (1 + 9) et 100 ml de solution d'acide chlorhydrique (3 + 1) pour éliminer le reste des fines. Laver finalement la colonne en versant 200 ml de solution d'acide chlorhydrique (1 + 3) jusqu'à 20 mm au-dessus de la résine.

NOTE — Les colonnes de résines préparées de cette manière sont utilisables pendant plusieurs années. Le seul entretien consiste à vider la colonne et à la remplir d'une nouvelle charge de résine dès que le débit se ralentit de façon excessive par colmatage.

5.2 Flacons en plastique, polyéthylène, polypropylène ou fluorocarbure TFE :

5.2.1 Flacons, de capacités 250 et 1 000 ml.

5.2.2 Éprouvettes graduées, de capacités 50 et 250 ml.

5.2.3 Bêchers de forme griffon, de capacités 250, 600 et 1 000 ml, avec couvercles.

6 Échantillon

Utiliser une poudre passant sur un tamis d'ouverture de maille égale à 160 µm, préparée suivant les indications données dans l'ISO 3713.

7 Mode opératoire

7.1 Prise d'essai

Peser une prise d'essai de $0,5 \pm 0,000$ 1 g.

7.2 Préparation des solutions d'essai

7.2.1 Verser la prise d'essai dans un bécher en plastique de 250 ml (5.2.3). Ajouter 40 ml du mélange acide chlorhydrique/acide fluorhydrique (4.12). Poser un couvercle en plastique sur le bécher et chauffer doucement. Une fois la réaction terminée, ajouter goutte à goutte de l'acide nitrique (4.1) jusqu'à ce que la solution devienne limpide.

NOTE — Ajouter le minimum possible d'acide nitrique, en raison de son pouvoir extrême de remplacement du niobium sur la colonne échangeuse d'ions. Environ 6 à 8 gouttes suffisent.

Faire digérer au bain-marie 20 à 30 min pour éliminer les fumées d'oxyde nitreux. Rincer le couvercle en plastique et la paroi du bécher avec le mélange acide chlorhydrique/acide fluorhydrique (4.12) et diluer la solution à 70 ml avec le même mélange.

7.2.2 Introduire 50 ml de mélange acide chlorhydrique/acide fluorhydrique (4.12) dans la colonne par portions de 5 à 10 ml. Remplir d'acide jusqu'à 100 mm au-dessus du lit de résine et collecter l'éluat dans un bécher en plastique de 600 ml (5.2.3). Transvaser la solution de la prise d'essai dans la colonne, par portions de 5 à 10 ml. Au fur et à mesure qu'elle descend dans la colonne, continuer à ajouter de petites portions jusqu'à transvasement de toute la solution. Laver le bécher quatre à cinq fois avec des portions de 4 ml du mélange acide chlorhydrique/acide fluorhydrique (4.12) et verser les eaux de lavage dans la colonne. Laver la paroi de la colonne avec 10 à 15 ml de mélange acide chlorhydrique/acide fluorhydrique (4.12) puis plusieurs fois avec le mélange chlorure d'ammonium/acide chlorhydrique/acide fluorhydrique (4.6).

7.2.3 Faire passer un total de 300 ml de mélange chlorure d'ammonium/acide chlorhydrique/acide fluorhydrique (4.6) dans la colonne à la vitesse d'environ 100 à 125 ml/h. Laisser la solution atteindre le sommet de la résine. Enlever le bécher contenant la première fraction et conserver cette solution pour le dosage du titane. Remplacer le bécher par un autre bécher en plastique de 600 ml (5.2.3).

7.2.4 Laver la paroi de la colonne avec quatre ou cinq portions du mélange chlorure d'ammonium/acide fluorhydrique (4.7) (soit au total environ 25 ml), en laissant la solution monter à chaque fois jusqu'au sommet de la résine. Faire passer un total de 300 ml de mélange chlorure d'ammonium/acide fluorhydrique (4.7) par la colonne à la vitesse spécifiée en 7.2.3.

NOTE — Il est pratique d'interrompre la préparation des solutions en ce point si les éluations ne peuvent pas être effectuées en une seule opération (fin de journée par exemple).

Enlever le bécher contenant la deuxième fraction et conserver cette solution pour le dosage du niobium comme décrit en 7.3. Remplacer le bécher par un autre bécher en plastique de 600 ml (5.2.3).

7.2.5 Pour le dosage du tantale suivant les annexes B et C, laver la paroi de la colonne avec cinq ou six portions de 5 ml de mélange neutre chlorure d'ammonium/fluorure d'ammonium (4.5). Faire passer un total de 350 ml de ce mélange par la colonne à la vitesse spécifiée en 7.2.3. Enlever le bécher contenant la troisième fraction et conserver cette solution pour le dosage du tantale comme indiqué dans l'annexe B ou l'annexe C.

7.2.6 Préparer la colonne pour l'échantillon suivant, en ajoutant 50 ml de solution d'acide chlorhydrique (1 + 3) par portions de 10 ml et en jetant les éluats.

7.3 Dosage

NOTE — Les réactifs à blanc comptent en général pour moins de 0,5 mg et sont donc considérés comme compensés par les quelques dixièmes de milligramme d'acide minéral perdus dans la précipitation.

7.3.1 Ajouter à la deuxième fraction contenant le niobium (voir 7.2.4), 15 g d'acide borique (4.9), 75 ml d'acide chlorhydrique (4.2) et 95 ml d'eau. Chauffer à 30 à 35 °C jusqu'à dissolution de l'acide borique. Refroidir à 5 °C.

7.3.2 Ajouter lentement 65 ml de solution de cupferron (4.10) en agitant la solution. Ajouter de la pulpe de papier filtre, bien agiter et laisser reposer 10 à 15 min. Filtrer modérément à la trompe sur un entonnoir Buchner garni de papier filtre fin double épaisseur 9 cm, laissant peu de cendres, recouvert d'un peu de pulpe de papier filtre. Transvaser le précipité dans l'entonnoir, nettoyer le bécher avec un morceau de papier filtre humidifié et ajouter le tout dans l'entonnoir. Laver le papier et le précipité avec 400 ml de solution de lavage au cupferron froid (5 °C) (4.11).

7.3.3 Transvaser le précipité et le papier dans un creuset en platine taré et calciner le tout à basse température jusqu'à destruction du carbone. Calciner finalement à poids constant à 1 200 °C et peser sous forme de pentoxyde de niobium (Nb₂O₅).

8 Expression des résultats

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

$$\frac{0,699 m_1}{m_0} \times 100$$

où

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

m_1 est la masse, en grammes, de pentoxyde de niobium (Nb_2O_5) déterminée en 7.3.3;

0,699 est le facteur utilisé pour exprimer le pentoxyde de niobium sous forme de niobium.

9 Fidélité

Un essai interlaboratoire portant sur neuf laboratoires a fourni les résultats résumés dans le tableau 1.

Tableau 1

Échantillon	Teneur en niobium trouvée % (m/m)	Répétabilité	Reproductibilité
1 NBS 340	57,51	0,16	0,26
2	65,40	0,29	0,11

10 Procès-verbal d'essai

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

- référence de la méthode utilisée;
- résultats, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;
- compte rendu de tous détails particuliers éventuels relevés au cours du dosage;
- compte rendu de toutes opérations non prévues dans le présent Rapport technique, ou considérées comme facultatives.

Annexe A

Dosage du titane – Méthode photométrique

A.1 Introduction

La méthode spécifiée dans la présente annexe nécessite l'emploi de cuves photométriques de 2 cm de parcours optique. Des cuves ayant d'autres parcours optiques peuvent être utilisées, à condition de procéder aux ajustements appropriés, en fonction des quantités de la solution d'essai et des réactifs utilisés.

Pour cette méthode, la concentration de titane recommandée dans la solution d'essai (voir 7.2.3) est de 1,0 à 25,0 mg/l.

La couleur du complexe est stable pendant au moins 2 h.

A.2 Appareillage supplémentaire

A.2.1 Photomètre, à cuve unique ou à cuves multiples, convenant pour les mesurages dans la région de 410 nm, conjointement avec des cuves de 2 cm de parcours optique.

A.2.2 Pipettes, de capacités 1 - 5 - 10 - 15 et 25 ml.

A.2.3 Fioles jaugées, de capacité 100 ml.

A.2.4 Béchiers, de capacités 150 et 1 500 ml.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/42237e30-5f57-4541-a12a-ce148e3cba70/iso-tr-7955-1982>

A.3 Mode opératoire

A.3.1 Solution d'essai

Utiliser la solution d'essai obtenue en 7.2.3 (ou la préparer comme décrit au chapitre 7 jusqu'à et y compris 7.2.3).

A.3.2 Préparation de la courbe d'étalonnage

A.3.2.1 Préparation des solutions d'étalonnage

À l'aide de pipettes, transvaser 1, 5, 10, 15 et 25 ml de la solution étalon de titane (4.19) dans une série de cinq fioles jaugées de 100 ml (A.2.3), diluer à environ 80 ml avec de l'acide sulfurique (1 + 9) et homogénéiser.

A.3.2.2 Préparation des solutions de référence

À l'aide de pipettes, transvaser 1, 5, 10, 15 et 25 ml de la solution étalon de titane (4.19) dans une série de cinq fioles jaugées de 100 ml (A.2.3), diluer au volume avec une solution d'acide sulfurique (1 + 9) et homogénéiser.

A.3.2.3 Développement de la coloration

Ajouter à chacune des solutions préparées en A.3.2.1, 1,0 ml de la solution de peroxyde d'hydrogène (4.13); diluer au trait avec une solution d'acide sulfurique (1 + 9) et homogénéiser.

A.3.2.4 Mesurages photométriques

Photomètre à cuves multiples : Mesure la correction de la cuve à partir de cuves d'absorption de 2 cm de parcours optique et d'une bande lumineuse centrée à environ 410 nm. À l'aide de la cuve d'essai, relever les mesures photométriques correspondant aux solutions d'étalonnage (A.3.2.3).

Photomètre à cuve unique : Transvaser une fraction adéquate de la solution de référence (A.3.2.2) dans une cuve d'absorption de 2 cm de parcours optique et régler le photomètre à son réglage initial en utilisant la bande lumineuse centrée à environ 410 nm. Tout en maintenant ce réglage, procéder aux lectures photométriques correspondant aux solutions d'étalonnage (A.3.2.3).

A.3.2.5 Tracé de la courbe d'étalonnage

Tracer une courbe en portant, par exemple, en ordonnées, les mesures photométriques des solutions (A.3.2.3) et, en abscisses, les masses correspondantes, en milligrammes, de titane dans les solutions.

A.3.3 Dosage

A.3.3.1 Transvaser la solution d'essai (première fraction contenant le titane et le fer, obtenue en 7.2.3) dans un béccher de 1 500 ml (A.2.4) contenant 50 g d'acide borique (4.9) dissous dans 700 ml d'eau chaude. Ajouter 125 ml d'acide chlorhydrique (4.2) et refroidir à 5 °C.

A.3.3.2 Ajouter lentement 50 ml de solution de cupferron (4.10) en agitant la solution. Ajouter la pulpe de papier filtre, bien agiter et laisser reposer 10 à 15 min. Filtrer modérément à la trompe sur un entonnoir de Buchner, garni de papier filtre fin double épaisseur, de 90 mm de diamètre, laissant peu de cendres, recouvert d'un peu de pulpe de papier filtre. Transvaser le précipité dans l'entonnoir, laver le béccher avec un morceau de papier filtre humidifié et ajouter le tout dans l'entonnoir. Laver le papier et le précipité avec 400 ml de solution de lavage au cupferron froid (5°C) (4.11).

A.3.3.3 Transvaser le papier et le précipité dans un creuset en porcelaine et calciner à 600 °C jusqu'à destruction du carbone.

A.3.3.4 Si du vanadium est présent, faire fondre les oxydes calcinés avec 2 à 3 g d'hydrogénosulfate de potassium, refroidir et dissoudre le culot de fusion dans 30 ml d'une solution d'acide chlorhydrique (1 + 9) dans un béccher de 150 ml. Ajouter la solution d'hydroxyde de sodium (4.17) jusqu'à virage alcalin au papier tournesol et ajouter 5 ml en excès. Faire bouillir 3 min, puis ajouter un peu de pulpe de papier filtre. Filtrer sur papier filtre moyen et laver le précipité avec la solution de lavage au nitrate d'ammonium (4.8). Transvaser le papier et le précipité dans un creuset en porcelaine et calciner à 550-600 °C jusqu'à destruction du carbone.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/42237e30-5f57-4541-a12a-130179551982>

A.3.3.5 Faire fondre les oxydes calcinés obtenus en A.3.3.3 ou A.3.3.4 avec 2 ou 3 g d'hydrogénosulfate de potassium et lessiver dans 30 ml d'une solution d'acide sulfurique (1 + 9).

A.3.3.6 Transvaser la solution (voir la note) dans une fiole jaugée de capacité appropriée en fonction du tableau 2.

Tableau 2

Teneur prévue en titane	Dilution initiale	Volume de la partie aliquote	Masse de l'échantillon équivalent dans le volume aliquote
% (m/m)	ml	ml	g
0,05 à 1,25	50	20	0,2
1,24 à 2,50	50	10	0,1
2,49 à 5,00	100	10	0,05

NOTE — Filtrer sur un papier filtre fin dans la fiole jaugée de taille appropriée, si la solution n'est pas limpide et laver avec une solution d'acide sulfurique (1 + 9). Diluer au volume avec la même solution d'acide sulfurique et homogénéiser.

A.3.3.7 Transvaser deux prises aliquotes dans des fioles jaugées de 100 ml en choisissant le volume conformément au tableau 2 et diluer à environ 80 ml avec une solution d'acide sulfurique (1 + 9). Traiter l'une des solutions de la manière indiquée en A.3.3.8 et l'autre de la manière indiquée en A.3.3.9.

A.3.3.8 Diluer la première solution au volume avec une solution d'acide sulfurique (1 + 9) et homogénéiser. On obtient la solution de référence.

A.3.3.9 En utilisant la seconde solution, développer la couleur comme spécifiée en A.3.2.3.

A.3.3.10 Effectuer les mesurages photométriques comme spécifié en A.3.2.4.

A.4 Expression des résultats

À l'aide de la courbe d'étalonnage, déterminer la masse, en milligrammes, de titane correspondant aux mesures photométriques nettes de la solution.

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

$$\frac{m_3}{10 m_2}$$

où

m_2 est la masse, en grammes, de la prise d'essai dans 100 ml de la solution utilisée pour le mesurage photométrique;

m_3 est la masse, en milligrammes, de titane correspondant aux mesures photométriques nettes.

A.5 Fidélité

Un essai interlaboratoire, portant sur neuf laboratoires, a fourni les données statistiques résumées dans le tableau 3.

Tableau 3

Échantillon	Teneur en titane trouvée % (m/m)	Répétabilité	Reproductibilité
1 NBS 340 2	0,89 0,046	0,10 0,005	0,07 0,010

A.6 Procès-verbal d'essai

ISO/TR 7955:1982

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/42237e30-5f57-4541-a12a->

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

- référence de la méthode utilisée;
- résultats, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;
- compte rendu de tous détails particuliers éventuels relevés au cours du dosage;
- compte rendu de toutes opérations non prévues dans le présent Rapport technique, ou considérées comme facultatives.