
**Alliages de nickel — Dosage du titane —
Méthode par spectrométrie d'absorption
moléculaire au diantipyrylméthane**

iTeh STANDARD PREVIEW

*Nickel alloys — Determination of titanium content — Diantipyrylmethane
molecular absorption spectrometric method*

ISO 11433:1993

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/41ffc0f5-914e-49e5-99e6-66c13a819271/iso-11433-1993>



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 vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 11433 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 155, *Nickel et alliages de nickel*, sous-comité SC 4, *Analyse des alliages de nickel*.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/41ffc0f5-914e-49e5-99e6-66c13a819271/iso-11433-1993>

© ISO 1993

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 titane — Méthode par spectrométrie d'absorption moléculaire au diantipyrylméthane

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode par spectrométrie d'absorption moléculaire pour le dosage du titane à des teneurs comprises entre 0,3 % (*m/m*) et 5,0 % (*m/m*) dans les alliages de nickel.

Il semblerait d'après les résultats disponibles, qu'il soit possible d'étendre la méthode à des teneurs en titane descendant jusqu'à 0,05 % (*m/m*).

La méthode générale, moyennant des modifications, permet le dosage du titane dans les alliages contenant du tungstène et/ou du tantale.

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 prenantes 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 les acides chlorhydrique et nitrique. Élimination de l'acide chlorhydrique et de l'acide nitrique par chauffage à fumées en présence d'acide sulfurique.

Formation d'un complexe de titane et de diantipyrylméthane et mesurage de l'absorbance de la solution d'essai à une longueur d'onde de 390 nm.

4 Réactifs

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

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

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

4.3 Acide sulfurique, $\rho_{20} = 1,84$ g/ml, dilué 1 + 1.

Ajouter lentement et en agitant constamment, 100 ml d'acide sulfurique à 100 ml d'eau.

4.4 Acide nitrique, $\rho_{20} = 1,41$ g/ml.

4.5 Hydroxyde d'ammonium, solution $\rho_{20} = 0,88$ g/ml.

4.6 Hydrogénosulfate de potassium (KHSO_4).

4.7 Acide ascorbique, solution.

Mettre en solution 20 g d'acide ascorbique ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$) dans de l'eau, diluer à 200 ml et homogénéiser.

4.8 Acide oxalique, solution.

Mettre en solution 10 g d'acide oxalique dihydraté [(COOH)₂·2H₂O] dans de l'eau, diluer à 200 ml et homogénéiser.

4.9 Diantipyrylméthane, solution

Mettre en solution 4 g de diantipyrylméthane monohydraté (C₂₃H₂₄N₄O₂·H₂O) dans de l'eau additionnée de 25 ml d'acide chlorhydrique (4.2), diluer à 200 ml et homogénéiser.

4.10 Chlorure de sodium, solution.

Mettre en solution 117 g de chlorure de sodium (NaCl) dans de l'eau, diluer à 500 ml et homogénéiser.

4.11 Titane, solution étalon de référence (0,200 g/l).

Mettre en solution 0,739 g d'oxalate de potassium-titanyl dihydraté [K₂TiO(C₂O₄)₂·2H₂O] dans de l'eau. Ajouter 50 ml d'acide sulfurique dilué (4.3) et évaporer à fumées denses. Refroidir et diluer dans de l'eau. Transférer la solution froide dans une fiole jaugée de 500 ml, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

4.12 Titane, solution étalon (25 mg/l).

Transvaser 25,0 ml de solution étalon de référence de titane (4.11) dans une fiole jaugée de 200 ml. Ajouter 20 ml d'acide sulfurique dilué (4.3). Refroidir la solution, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Bêchers coniques non lavés à l'acide, de capacité 125 ml.

5.2 Fioles jaugées, de capacité 50 ml, 100 ml, 200 ml, 250 ml et 500 ml, conformes à la classe A de l'ISO 1042.

5.3 Pipette, de capacité 5 ml, conforme à la classe A de l'ISO 648.

5.4 Microburette, de capacité 10 ml, graduée de 0,02 ml en 0,02 ml, conforme à la classe A de l'ISO 385-1.

5.5 Spectrométrie d'absorption moléculaire, capable de mesurer l'absorbance à une longueur d'onde de 390 nm.

6 Échantillonnage et préparation de l'échantillon

6.1 L'échantillonnage et la préparation de l'échantillon de laboratoire doivent se faire suivant les méthodes normales établies ou, en cas de litige, conformément à la Norme internationale correspondante.

6.2 L'échantillon de laboratoire se présente normalement sous la forme de copeaux de fraisage ou de perçage, ne nécessitant aucune autre préparation.

6.3 Si l'on soupçonne l'échantillon d'être contaminé par de l'huile ou de la graisse résultant du fraisage ou du perçage, il convient de le nettoyer par lavage à l'acétone extra-pure puis de le sécher à l'air.

6.4 Si l'échantillon de laboratoire renferme des particules ou des morceaux de tailles très différentes, on utilisera un diviseur à lames pour obtenir l'échantillon pour essai.

7 Mode opératoire

7.1 Préparation de la solution d'essai

7.1.1 Prise d'essai

Peser, à 0,1 mg près, une prise d'essai de l'échantillon conforme aux indications du tableau 1.

Tableau 1 — Masse d'échantillon à prélever

Teneur probable en titane % (m/m)	Masse d'échantillon g
0,3 à 3,0	0,19 à 0,21
3,0 à 5,0	0,099 à 0,11

7.1.2 Mise en solution d'une prise d'essai dans l'acide

Placer la prise d'essai dans le bêcher conique de 125 ml (5.1). Ajouter 10 ml d'acide chlorhydrique (4.1) et 3 ml d'acide nitrique (4.4). Chauffer suffisamment pour amorcer la réaction et la maintenir jusqu'à dissolution complète.

Si l'alliage résiste à la mise en solution, il peut s'avérer nécessaire d'ajuster le mélange d'acides. Ajouter de l'acide chlorhydrique (4.1) par portions de 1 ml et continuer à chauffer pour dissoudre la prise d'essai.

7.1.3 Préparation d'une solution d'essai finale

Ajouter 7 ml d'acide sulfurique dilué (4.3) et évaporer la solution à fumées blanches denses. Refroidir le tout et continuer comme indiqué en 7.1.3.1 ou 7.1.3.2, selon qu'on est en présence, ou non, de tantale.

7.1.3.1 En l'absence de tantale, ajouter 20 ml de la solution d'acide oxalique (4.8) et chauffer pour dissoudre les sels. Refroidir la solution et, pour les alliages exempts de tungstène, procéder directement comme indiqué en 7.1.4.

7.1.3.1.1 Si l'alliage contient du tungstène, ajouter une quantité suffisante d'hydroxyde d'ammonium (4.5) pour rendre la solution alcaline. Faire bouillir la solution jusqu'à dissolution de l'acide tungstique. Refroidir la solution et la réacidifier par ajout de 20 ml d'acide chlorhydrique (4.1). Refroidir la solution et procéder comme indiqué en 7.1.4.

7.1.3.2 En présence de tantale, ajouter 30 ml d'eau, chauffer pour dissoudre les sels et refroidir à nouveau. Filtrer la solution sur un tampon en pulpe de papier très serrée. Laver le précipité à l'eau chaude. Conserver le filtrat. Transférer le tampon et le filtrat dans un creuset en platine. Calciner à 800 °C et refroidir. Ajouter 1 g d'hydrogénosulfate de potassium (4.6), couvrir le creuset d'un couvercle en platine et faire fondre avec soin au-dessus d'une flamme. Refroidir et transférer le creuset dans un bécher de 150 ml contenant 20 ml de solution d'acide oxalique (4.8). Chauffer avec soin jusqu'à dissolution du culot de fusion. Enlever le creuset de platine et le laver. Rassembler la solution d'oxalate et le filtrat d'origine et procéder comme indiqué en 7.1.4.

7.1.4 Dilutions

7.1.4.1 Dilution pour une teneur en titane inférieure à 1 % (m/m)

Transvaser la solution d'essai (7.1.3.1, 7.1.3.1.1 ou 7.1.3.2) dans une fiole jaugée de 100 ml (5.2), compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

7.1.4.2 Dilution pour une teneur en titane comprise entre 1 % (m/m) et 5 % (m/m)

Transvaser la solution d'essai (7.1.3.1, 7.1.3.1.1 ou 7.1.3.2) dans une fiole jaugée de 250 ml (5.2), compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

7.2 Développement de la couleur

7.2.1 À l'aide d'une pipette (5.3), introduire respectivement deux parties aliquotes de 5,0 ml de solution d'essai (7.1.4.1 ou 7.1.4.2) dans deux fioles jaugées de 50 ml (5.2).

7.2.2 Ajouter dans les deux fioles jaugées 5,0 ml d'acide chlorhydrique dilué (4.2), 5,0 ml de solution d'acide ascorbique (4.7) et 20,0 ml de solution de chlorure de sodium (4.10). Homogénéiser les solutions et laisser reposer quelques minutes.

7.2.3 Ajouter dans l'une des fioles jaugées, 10,0 ml de solution de diantipyrylméthane (4.9).

7.2.4 Diluer les solutions dans les deux fioles 7.2.2 et 7.2.3) au trait de jauge avec de l'eau, homogénéiser et laisser reposer 40 min.

7.3 Mesurage spectrométrique

7.3.1 Mesurer l'absorbance des deux solutions (7.2.4) par rapport à l'eau, à une longueur d'onde de 390 nm, dans des cuves de 1 cm avec le spectromètre d'absorption moléculaire (5.5).

7.3.2 Soustraire l'absorbance de la solution d'essai de l'absorbance de la solution d'essai renfermant le complexe au diantipyrylméthane.

7.4 Essai à blanc

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

7.5 Étalonnage

7.5.1 Transvaser, à l'aide d'une microburette (5.4), dans une série de fioles jaugées de 50 ml, 0 ml, 1,0 ml, 2,0 ml, 3,0 ml, 4,0 ml et 5,0 ml de solution étalon de titane (4.12).

7.5.2 Ajouter l'acide chlorhydrique dilué et les solutions de chlorure de sodium et d'acide ascorbique décrites en 7.2.2.

7.5.3 Ajouter aux solutions, 10,0 ml de solution de diantipyrylméthane (4.9). Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser. Laisser reposer 40 min.

Cette série correspond à 0 µg, 0,5 µg, 1,0 µg, 1,5 µg, 2,0 µg et 2,5 µg de titane par millilitre.

7.5.4 Mesurer l'absorbance des solutions d'étalonnage de la manière décrite en 7.3. Soustraire l'absorbance mesurée de la solution d'étalonnage à 0 µg/ml de l'absorbance des solutions d'étalonnage restantes.

7.5.5 Tracer la courbe des valeurs corrigées d'absorbance par rapport aux concentrations respectives en titane (en microgrammes par millilitre) des solutions d'étalonnage.

7.6 Nombre de dosages

Effectuer les dosages au moins en double.

7.7 Contre-essai

Les résultats de la méthode peuvent être vérifiés en analysant, en parallèle du dosage et par le même mode opératoire, un ou plusieurs échantillons du même type d'alliage dont la teneur en titane est connue.

8 Expression des résultats

8.1 Calcul

8.1.1 Déterminer, à l'aide de la courbe d'étalonnage (7.5.5), la concentration en titane dans la solution d'essai (voir 7.3.2) et dans la solution d'essai à blanc (7.4).

8.1.2 Calculer la teneur en titane, w_{Ti} , exprimée en pourcentage en masse, de la prise d'essai, à l'aide de la formule

$$w_{Ti} = \frac{(\rho_{Ti} - \rho_{Ti,0})V}{m} \times 10^{-3}$$

où

ρ_{Ti} est la concentration, exprimée en microgrammes par millilitre, de la solution d'essai (8.1.1);

$\rho_{Ti,0}$ est la concentration, exprimée en microgrammes par millilitre, de l'essai à blanc (8.1.1);

V est le volume, exprimé en millilitres, de la solution d'essai (7.1.4.1 ou 7.1.4.2);

m est la masse, exprimée en grammes, de la prise d'essai (7.1.1).

8.2 Fidélité

8.2.1 Essais interlaboratoires

Onze laboratoires de quatre pays différents ont participé aux essais selon cette procédure sur quatre échantillons de la composition nominale donnée au tableau 2. Les échantillons ont été analysés en double à des jours différents.

8.2.2 Analyse statistique

8.2.2.1 Les résultats du programme d'essais interlaboratoires ont été évalués suivant l'ISO 5725 à partir des moyennes des résultats en double. Les valeurs aberrantes ont été vérifiées par la méthode Cochran-Dixon indiquée dans l'ISO 5725.

8.2.2.2 Le principe du test de Cochran est qu'une série de résultats est aberrante si sa variance intralaboratoire est trop grande par rapport à celle des autres. Le test de Dixon détermine, lui, si la moyenne d'un laboratoire est trop éloignée de celle des autres laboratoires. Les deux tests sont utilisés à un niveau de confiance de 95 %.

8.2.2.3 La répétabilité et la reproductibilité ont été calculées suivant l'ISO 5725 à un niveau de confiance de 95 %. Les résultats de l'analyse statistique sont donnés au tableau 3.

8.2.2.4 Un laboratoire a eu ses résultats rejetés comme aberrants selon Cochran pour l'échantillon RE-1.

Tableau 2 — Composition nominale des échantillons d'essai [% (m/m)]

Échantillon	Al	Co	Cr	Fe	Hf	Mo	Nb	Ta	Ti	W	Ni
RE-1	5,5	10	9	—	1,6	—	—	2,6	1,5	10	Le reste
RE-2	0,5	0,5	20	18	—	3	5	—	1,0	—	Le reste
RE-3	1,9	19	22	—	—	—	1	1,4	3,7	2	Le reste
RE-4	3,0	10	14	—	—	4	—	—	5,0	4	Le reste

Tableau 3 — Résultats de l'analyse statistique

Référence de l'échantillon	Moyenne [% (m/m)]	Écart-type intralaboratoire	Écart-type interlaboratoire	Répétabilité	Reproductibilité
RE-1	1,49	0,015	0,026	0,041	0,084
RE-2	0,37	0,007	0,012	0,019	0,038
RE-3	3,69	0,018	0,026	0,050	0,088
RE-4	5,09	0,022	0,044	0,063	0,139

9 Interférences

Le molybdène, s'il est présent, pourrait augmenter les valeurs du titane rapportées (voir 8.1.2) à raison de 0,001 % (m/m) Ti pour chaque 1,0 % (m/m) Mo.

10 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les informations suivantes:

- a) la référence à la méthode utilisée;
- b) les résultats de l'analyse;
- c) le nombre de dosages multiples indépendants;
- d) tout détail inhabituel noté pendant l'analyse;
- e) toute opération non prévue dans la présente Norme internationale ou considérée comme facultative.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 11433:1993

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/41ffc0f5-914e-49e5-99e6-66c13a819271/iso-11433-1993>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 11433:1993

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/41ffc0f5-914e-49e5-99e6-66c13a819271/iso-11433-1993>

CDU 669.245:543.422:546.22

Descripteurs: alliage de nickel, analyse chimique, dosage, titane, méthode par spectrométrie d'absorption moléculaire.

Prix basé sur 4 pages
