

Première édition
1997-08-15

**Aciers — Dosage du cobalt en fortes
teneurs — Méthode par titrage
potentiométrique après séparation par
échange d'ions**

*Steel — Determination of high cobalt content — Potentiometric titration
method after separation by ion exchange*

(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview

[ISO 11653:1997](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/ebc06049-e022-452d-9cc8-95454e22cc5a/iso-11653-1997)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/ebc06049-e022-452d-9cc8-95454e22cc5a/iso-11653-1997>



Numéro de référence
ISO 11653:1997(F)

Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comité 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 11653 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 17, *Acier*, sous-comité SC 1, *Méthodes de détermination de la composition chimique*.

Les annexes A et B de la présente Norme internationale sont données uniquement à titre d'information.

ITEH Standards
(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview

[ISO 11653:1997](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/ebc06049-e022-452d-9cc8-95454e22cc5a/iso-11653-1997)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/ebc06049-e022-452d-9cc8-95454e22cc5a/iso-11653-1997>

© ISO 1997

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, 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

Internet central@iso.ch

X.400 c=ch; a=400net; p=iso; o=isocs; s=central

Imprimé en Suisse

Aciers — Dosage du cobalt en fortes teneurs — Méthode par titrage potentiométrique après séparation par échange d'ions

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode de dosage du cobalt dans les aciers par titrage potentiométrique, après séparation par échange d'ions.

La méthode est applicable aux teneurs en cobalt comprises entre 5,0 % (m/m) et 17,0 % (m/m).

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:—1), *Verrerie de laboratoire — Fioles jaugées à un trait.*

ISO 3696:1987, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécifications et méthodes d'essai.*

ISO 5725-1:1994, *Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure — Partie 1: Principes généraux et définitions.*

ISO 5725-2:1994, *Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure — Partie 2: Méthode de base pour la détermination de la répétabilité et de la reproductibilité d'une méthode de mesure normalisée.*

ISO 5725-3:1994, *Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure — Partie 3: Mesures intermédiaires de la fidélité d'une méthode de mesure normalisée.*

ISO 14284:1996, *Fontes et aciers — Prélèvement et préparation des échantillons pour la détermination de la composition chimique.*

1) À publier. (Révision de l'ISO 1042:1983)

3 Principe

Mise en solution d'une prise d'essai dans un mélange d'acide nitrique et d'acide chlorhydrique.

Séparation du cobalt des éléments interférents par élution sélective dans une colonne échangeuse d'anions à l'aide d'acide chlorhydrique.

Oxydation avec de l'acide perchlorique. Élimination du chlore et de l'oxygène dissous par un courant d'azote.

Ajout de la solution d'essai à une solution contenant du citrate d'ammonium, de l'hydroxyde d'ammonium et un excès de solution étalon d'hexacyanoferrate(III) de potassium, puis titrage de l'excès par une solution étalon de cobalt par détection potentiométrique du point de virage.

4 Réactifs

Au cours de l'analyse et sauf indication contraire, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau de qualité 2 conformément à l'ISO 3696.

- 4.1 **Acide chlorhydrique**, ρ environ 1,19 g/ml.
- 4.2 **Acide chlorhydrique**, ρ environ 1,19 g/ml, dilué 7 + 5.
- 4.3 **Acide chlorhydrique**, ρ environ 1,19 g/ml, dilué 2 + 3.
- 4.4 **Acide chlorhydrique**, ρ environ 1,19 g/ml, dilué 1 + 2.
- 4.5 **Acide chlorhydrique**, ρ environ 1,19 g/ml, dilué 1 + 19.
- 4.6 **Acide nitrique**, ρ environ 1,40 g/ml.
- 4.7 **Acide perchlorique**, ρ environ 1,67 g/ml (voir la note 1).

NOTE 1 L'acide perchlorique (ρ environ 1,54 g/ml) peut aussi être utilisé. 100 ml d'acide perchlorique (ρ environ 1,67 g/ml) sont équivalents à 127 ml d'acide perchlorique (ρ environ 1,54 g/ml).

- 4.8 **Hydroxyde d'ammonium**, ρ environ 0,89 g/ml.
- 4.9 **Citrate d'ammonium**, solution à 200 g/l.

Dissoudre environ 100 g d'acide citrique monohydraté ($C_6H_8O_7 \cdot H_2O$) dans approximativement 250 ml d'eau. Ajouter avec précaution, en agitant sans arrêt, 170 ml d'hydroxyde d'ammonium (4.8). Laisser refroidir puis compléter à 500 ml avec de l'eau et homogénéiser.

- 4.10 **Cobalt**, solution étalon, correspondant à 2,00 g de cobalt par litre.

Peser, à 0,001 g près, 2,000 g de cobalt métal [de pureté minimale 99,95 % (*m/m*)] (voir la note 2). Transférer dans un bécher de 600 ml et dissoudre dans 40 ml d'acide nitrique (ρ environ 1,40 g/ml, dilué 1 + 1). Chauffer jusqu'à dissolution complète, faire bouillir doucement pour éliminer les oxydes d'azote, refroidir et transférer dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser. Conserver dans un flacon en polyéthylène.

1 ml de cette solution contient 2,00 mg de cobalt.

NOTE 2 Il convient que le cobalt de haute pureté sous forme de poudre ne soit pas utilisé car l'oxygène de surface exerce une influence défavorable sur l'exactitude. Il convient, par exemple, d'utiliser des barres, de la grenaille ou du fil.

4.11 Hexacyanoferrate(III) de potassium, solution titrée.

4.11.1 Préparation de la solution titrée

Dissoudre 5,6 g d'hexacyanoferrate(III) de potassium [$K_3Fe(CN)_6$] dans 250 ml d'eau. Filtrer la solution à travers un tampon de pulpe de papier et le rincer soigneusement à l'eau. Transférer dans une fiole jaugée de 500 ml, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser. Filtrer de nouveau et étalonner cette solution comme spécifié en 4.11.2 immédiatement avant usage.

4.11.2 Étalonnage de la solution titrée

Transférer deux parties aliquotes de 20,0 ml de la solution étalon de cobalt (4.10) dans deux béchers. Traiter la solution conformément à 7.2.3 et 7.2.4.

Calculer le facteur d'étalonnage T pour chaque échantillon à l'aide de la formule

$$T = \frac{V_1 + V_2}{V_3}$$

où

V_1 est le volume, en millilitres, de la solution étalon de cobalt (4.10) prélevée en 4.11.2 (= 20,0 ml);

V_2 est le volume, en millilitres, de la solution étalon de cobalt (4.10) utilisée pour le titrage;

V_3 est le volume, en millilitres, de la solution d'hexacyanoferrate(III) de potassium utilisée pour le titrage;

T est le facteur d'étalonnage requis, qui sera inférieur à 1 si la solution se situe au-dessous de la concentration théorique, etc. Calculer la moyenne des deux valeurs obtenues pour T .

4.12 Résine échangeuse d'ions

Utiliser une résine échangeuse d'anions de type alkyle d'ammonium quaternaire (sous forme de chlorure) composée de billes sphériques dont la réticulation nominale est de 8 % et la taille nominale de 200 mesh à 400 mesh. Pour éliminer les billes de diamètre supérieur à 180 μm ainsi que les billes excessivement fines, traiter la résine de la façon suivante.

Transférer une portion de résine dans un bécher, la recouvrir d'eau et attendre suffisamment longtemps (au moins 30 min) pour que les billes gonflent le plus possible. Placer un tamis de 180 μm d'ouverture de maille, de 150 mm de diamètre sur un bécher de 2 l. Préparer une mince couche de résine et la placer sur le tamis. Faire passer les billes fines au travers du tamis à l'aide d'un mince filet d'eau. Éliminer périodiquement, si nécessaire, les billes retenues sur le tamis pour éviter d'obstruer les ouvertures. Lorsque la masse de résine recueillie s'est déposée, décanter l'eau et transférer environ 100 ml de résine dans un bécher de 400 ml. Ajouter 200 ml d'acide chlorhydrique (4.5), agiter vigoureusement, laisser la résine se déposer 4 min à 6 min, décanter 150 ml à 175 ml de la suspension et l'éliminer. Répéter le traitement deux fois avec de l'acide chlorhydrique (4.5) et réserver la résine la plus grossière pour la préparation de la colonne.

Préparer la colonne de la façon suivante.

Placer une couche de 10 mm à 30 mm de laine de verre ou de fibre plastique de polychlorure de vinyle au fond de la colonne, et ajouter la résine préparée en quantité suffisante pour remplir la colonne sur une hauteur d'environ 140 mm. Placer une couche de 20 mm de laine de verre ou de fibre plastique de polychlorure de vinyle au sommet du lit de résine pour empêcher la résine d'être mélangée à la suspension lors de l'ajout des solutions. Tout en faisant passer au moins 35 ml d'acide chlorhydrique (4.2) à travers la colonne, la tête hydrostatique se trouvant 100 mm au-dessus du lit de résine, régler le débit d'écoulement à 3,0 ml/min au maximum. Purger jusqu'à atteindre un niveau de 10 mm à 20 mm au-dessus du lit de résine puis fermer le robinet inférieur.

5 Appareillage

Au cours de l'analyse et sauf indication contraire, utiliser uniquement du matériel courant de laboratoire.

Toute la verrerie jaugée doit être de classe A, conformément à l'ISO 385-1, l'ISO 648 ou l'ISO 1042 selon le cas.

5.1 Appareillage pour titrage potentiométrique

5.1.1 Électrode indicatrice, en platine brillant, qui doit être maintenue propre et parfaitement polie. Elle doit être nettoyée par trempage dans l'acide nitrique (4.6) et rincée à l'eau avant utilisation.

5.1.2 Électrode de référence, en argent/chlorure d'argent, au calomel ou sulfate de mercure(I). Les instructions du fabricant relatives aux précautions d'utilisation et à l'entretien de ces électrodes doivent être respectées.

5.1.3 Appareillage de titrage, comprenant un bécher de 400 ml, deux burettes de 50 ml conformes aux exigences de l'ISO 385-1, classe A, et un agitateur magnétique.

5.1.4 Voltmètre électronique à forte impédance.

Un pH-mètre peut normalement être utilisé comme voltmètre. Les dispositifs de titrage ou les potentiographes automatiques du commerce présentent un avantage sur les systèmes manuels en ce que la courbe de titrage est tracée et le point de virage peut être évalué par interpolation à partir de la courbe plutôt que par calcul à partir de la dérivée première ou seconde (voir l'article 9).

5.2 Colonne échangeuse d'ions

D'environ 25 mm de diamètre et 300 mm de longueur, conique à une extrémité, munie d'un robinet pour contrôler le débit et d'un second robinet, à sa partie inférieure, pour interrompre le débit. Un réservoir pour les éluants peut être ajouté au sommet de la colonne.

6 Échantillonnage

Effectuer l'échantillonnage conformément à l'ISO 14284.

7 Mode opératoire

AVERTISSEMENT — L'acide perchlorique fumant est un oxydant puissant et peut donner un mélange explosif lorsqu'il est en contact avec des vapeurs d'ammoniac, d'azote ou avec des matières organiques. Toutes les évaporations doivent être réalisées sous hottes adaptées à l'utilisation de l'acide perchlorique.

7.1 Prise d'essai

Peser, à 0,000 1 g près, 0,5 g de l'échantillon pour essai.

7.2 Dosage

7.2.1 Préparation de la solution d'essai

Placer la prise d'essai (7.1) dans un bécher de 150 ml. Ajouter 20 ml d'un mélange composé de cinq parties d'acide chlorhydrique (4.1) et d'une partie d'acide nitrique (4.6) (voir la note 3). Couvrir le bécher et digérer à 60 °C à 70 °C jusqu'à ce que la prise d'essai soit décomposée. Rincer et retirer le couvercle. Placer un couvercle en verre ondulé sur le bécher et faire évaporer presque à siccité la solution, mais ne pas cuire. Refroidir, ajouter 20 ml d'acide chlorhydrique (4.2) et digérer à 60 °C à 70 °C jusqu'à ce que les sels soient dissous (approximativement 10 min) (voir la note 4).