
NORME INTERNATIONALE



1118

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

Aluminium et alliages d'aluminium – Dosage du titane – Méthode spectrophotométrique à l'acide chromotropique

*Aluminium and aluminium alloys – Determination of titanium – Spectrophotometric
chromotropic acid method*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Première édition – 1978-12-15

[ISO 1118:1978](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cc161339-5f42-48a3-9fb4-afc227936bec/iso-1118-1978)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cc161339-5f42-48a3-9fb4-
afc227936bec/iso-1118-1978](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cc161339-5f42-48a3-9fb4-afc227936bec/iso-1118-1978)

CDU 669.71 : 543.42 : 546.821

Réf. n° : ISO 1118-1978 (F)

Descripteurs : aluminium, alliage d'aluminium, analyse chimique, dosage, titane, méthode spectrophotométrique.

Prix basé sur 6 pages

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 1118 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 79, *Métaux légers et leurs alliages*.

Elle fut soumise directement au Conseil de l'ISO, conformément au paragraphe 6.13.1 des Directives pour les travaux techniques de l'ISO. Elle annule et remplace la Recommandation ISO/R 1118-1969, qui avait été approuvée par les comités membres des pays suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	Hongrie	Pologne
Allemagne, R.F.	Inde	Royaume-Uni
Belgique	Iran	Suède
Canada	Israël	Suisse
Colombie	Italie	Tchécoslovaquie
Corée, Rép. de	Japon	Thaïlande
Égypte, Rép. arabe d'	Norvège	Turquie
Espagne	Nouvelle-Zélande	U.R.S.S.
France	Pays-Bas	U.S.A.

Aucun comité membre ne l'avait désapprouvée.

Aluminium et alliages d'aluminium – Dosage du titane – Méthode spectrophotométrique à l'acide chromotropique

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme internationale spécifie une méthode générale de dosage spectrophotométrique du titane dans l'aluminium et les alliages d'aluminium.

La méthode est applicable aux produits dont la teneur en titane est comprise entre 0,005 et 0,3 % (*m/m*).

Cette méthode n'est cependant pas totalement applicable aux alliages dont la teneur en silicium est supérieure à 1 % (*m/m*), pour lesquels elle doit être modifiée comme indiqué dans l'annexe.

2 PRINCIPE

Attaque d'une prise d'essai par l'hydroxyde de sodium et acidification de la solution alcaline par l'acide nitrique et l'acide sulfurique.

Réduction du fer(III) par l'acide ascorbique et formation du complexe titane-acide chromotropique à une valeur de pH choisie entre 2 et 2,50 et définie à $\pm 0,05$ unité de pH.

Mesurage spectrophotométrique du complexe coloré à une longueur d'onde aux environs de 470 nm.

3 RÉACTIFS

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

3.1 Hydroxyde de sodium, solution à 200 g/l ou 5 N environ.

Dans une capsule en nickel, dissoudre 200 g d'hydroxyde de sodium dans de l'eau. Après refroidissement, compléter le volume à 1 000 ml et homogénéiser. Transvaser immédiatement la solution dans un récipient en plastique.

3.2 Hydroxyde de sodium, solution à 80 g/l ou 2 N environ.

Dans une capsule en nickel, dissoudre 80 g d'hydroxyde de sodium dans de l'eau. Après refroidissement, compléter le volume à 1 000 ml et homogénéiser.

3.3 Acide nitrique, ρ 1,40 g/ml, solution 15 N environ.

3.4 Acide sulfurique, ρ 1,48 g/ml, solution 18 N environ.

Ajouter, avec précaution, 500 ml d'acide sulfurique, ρ 1,84 g/ml, solution 36 N environ, à environ 400 ml d'eau. Après refroidissement, compléter le volume à 1 000 ml et homogénéiser.

3.5 Acide sulfurique, ρ 1,21 g/ml, solution 7 N environ.

Ajouter, avec précaution, 200 ml d'acide sulfurique, ρ 1,84 g/ml, solution 36 N environ, à environ 700 ml d'eau. Après refroidissement, compléter le volume à 1 000 ml et homogénéiser.

3.6 Acide sulfurique, ρ 1,06 g/ml, solution 2 N environ.

Ajouter, avec précaution, 60 ml d'acide sulfurique, ρ 1,84 g/ml, solution 36 N environ, à environ 500 ml d'eau. Après refroidissement, compléter le volume à 1 000 ml et homogénéiser.

3.7 Acide sulfureux (H_2SO_3), solution saturée à la température ambiante.

3.8 Sulfite de sodium, solution à 20 g/l.

Dissoudre 2 g de sulfite de sodium (Na_2SO_3) dans de l'eau et compléter le volume à 100 ml.

Préparer cette solution au moment de l'emploi.

3.9 Permanganate de potassium, solution à 1 g/l.

Dissoudre 0,1 g de permanganate de potassium dans de l'eau et compléter le volume à 100 ml.

3.10 Solution tampon, à pH 2,9 environ.

Dissoudre 189 g d'acide monochloroacétique (CH₂ClCOOH) dans environ 150 ml d'eau et ajouter 40 g d'hydroxyde de sodium préalablement dissous dans environ 100 ml d'eau. Mélanger soigneusement et refroidir à la température ambiante. Filtrer, si nécessaire, sur papier filtre à texture moyenne, en recueillant le filtrat dans une fiole jaugée de 500 ml. Laver à l'eau, compléter au volume et homogénéiser.

Utiliser uniquement une solution récemment préparée (depuis une semaine au maximum).

3.11 Acide ascorbique, solution à 40 g/l.

Dissoudre 1 g d'acide ascorbique dans 25 ml d'eau.

Préparer cette solution au moment de l'emploi.

3.12 Acide chromotrope, solution à 20 g/l.

Dissoudre 189 g d'acide monochloroacétique (CH₂ClCOOH) l'acide dihydroxy-1,8 naphthalène disulfonique-3,6) dans environ 70 ml d'eau contenant 0,75 ml d'acide acétique cristallisable, ρ 1,05 g/ml, solution 18 N environ.

Ajouter 0,2 g de disulfite de sodium (Na₂S₂O₅) et agiter jusqu'à dissolution complète. Si nécessaire, filtrer sur papier filtre à texture serrée, en recueillant le filtrat dans une fiole jaugée de 100 ml. Laver à l'eau, compléter au volume et homogénéiser.

Cette solution *doit être colorée très faiblement en jaune clair et doit être conservée dans un récipient sombre*. Elle reste stable durant environ trois semaines.

Ne pas utiliser une solution de couleur sombre.

3.13 Mélange de réactifs, à pH 0,50 environ.

Introduire environ 300 ml d'eau dans une fiole jaugée de 1 000 ml, ajouter ensuite 250,0 ml de la solution d'hydroxyde de sodium (3.1), 100,0 ml de la solution d'acide sulfurique (3.4), 18,0 ml de la solution d'acide nitrique (3.3) et homogénéiser. Refroidir, compléter au volume et homogénéiser.

3.14 Titane, solution étalon correspondant à 0,5 g de Ti par litre.

Préparer cette solution selon l'une des méthodes suivantes :

3.14.1 Peser, à 0,001 g près, 0,500 g de titane pur (titre supérieur à 99,5 %) et l'introduire dans un bécher de capacité convenable (par exemple 600 ml). Dissoudre dans 125 ml de la solution d'acide sulfurique (3.5) et oxyder par quelques gouttes de la solution d'acide nitrique (3.3). Faire bouillir modérément la solution jusqu'à élimination des vapeurs nitreuses.

Refroidir, diluer convenablement, transvaser, en lavant, dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 0,5 mg de Ti.

3.14.2 Peser, à 0,000 1 g près, 1,848 5 g d'oxalate de potassium et de titanyle dihydraté [K₂TiO(C₂O₄)₂·2H₂O] et l'introduire dans une fiole de Kjeldahl de 100 ml environ. Ajouter 1,8 g de sulfate d'ammonium et 15 ml d'acide sulfurique, ρ 1,84 g/ml environ, solution 36 N environ. Chauffer, avec précaution, jusqu'à réaction calme et faire bouillir ensuite modérément durant 10 min. Refroidir et transvaser la solution, en lavant, dans un bécher de capacité convenable (par exemple 250 ml), contenant 100 ml d'eau.

Ajouter quelques gouttes de la solution de permanganate de potassium (3.9), jusqu'à l'obtention d'une coloration rose persistante. Transvaser la solution, en lavant, dans une fiole jaugée de 500 ml, compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 0,5 mg de Ti.

3.15 Titane, solution étalon correspondant à 0,025 g de Ti par litre.

Prélever 50,0 ml de la solution étalon de titane (3.14), les introduire dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 0,025 mg de Ti.

Préparer cette solution au moment de l'emploi.

3.16 Titane, solution étalon correspondant à 0,015 g de Ti par litre.

Prélever 30,0 ml de la solution étalon de titane (3.14) et les introduire dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Ajouter 2,0 ml de la solution d'acide sulfurique (3.5), compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 0,015 mg de Ti.

Préparer cette solution au moment de l'emploi.

3.17 Titane, solution étalon correspondant à 0,002 5 g de Ti par litre.

Prélever 50,0 ml de la solution étalon de titane (3.15) et les introduire dans une fiole jaugée de 500 ml. Ajouter 2,50 ml de la solution d'acide sulfurique (3.5), compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 0,002 5 mg de Ti.

Préparer cette solution au moment de l'emploi.

4 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et

4.1 pH-mètre, d'une sensibilité d'au moins 0,02 unité de pH, muni d'une électrode en verre.

4.2 Spectrophotomètre.

5 ÉCHANTILLONNAGE

5.1 Échantillon pour laboratoire¹⁾

5.2 Échantillon pour essai

Des copeaux d'épaisseur inférieure ou égale à 1 mm doivent être obtenus par fraisage ou perçage.

6 MODE OPÉRATOIRE

6.1 Définition de la valeur optimale du pH pour le développement de la coloration

Si la réaction colorée est effectuée à une valeur de pH exactement définie expérimentalement, la valeur de l'absorbance se rapportant à une quantité donnée de titane est pratiquement constante. Il en découle qu'il est nécessaire d'établir préalablement avec l'appareillage dont on dispose — en opérant dans le domaine de pH compris entre 2 et 2,50 et en utilisant une quantité donnée (par exemple 8,0 ml) de la solution étalon de titane (3.17) — l'intervalle de $\pm 0,05$ unité de pH qui assure des valeurs constantes de l'absorbance en suivant le mode opératoire spécifié en 6.2.1, 6.2.3 et 6.2.4.

Opérer ensuite à la valeur de pH ainsi définie, aussi bien pour l'établissement de la courbe d'étalonnage que pour le dosage.

6.2 Établissement de la courbe d'étalonnage

6.2.1 Teneur en titane comprise entre 0,005 et 0,03 % (m/m)

6.2.1.1 ESSAI PRÉLIMINAIRE DE CORRECTION DU pH

Dans une série de six béchers de capacité convenable (par exemple 100 ml), introduire 10,0 ml de la solution du mélange de réactifs (3.13) et ajouter 0 (solution de compensation) — 1,0 — 2,0 — 4,0 — 8,0 — 12,0 ml de la solution étalon de titane (3.17). Ajouter ensuite, dans chaque bécher, goutte à goutte, la solution de permanganate de potassium (3.9) jusqu'à l'obtention d'une coloration rose pâle persistante.

Éliminer l'excès de permanganate de potassium avec un très léger excès de la solution de sulfite de sodium (3.8), puis ajouter 10,0 ml de la solution tampon (3.10), 1,0 ml de la solution d'acide ascorbique (3.11), 5,0 ml de la solution d'acide chromotrope (3.12), diluer à 45 ml environ et homogénéiser.

Pour chaque solution séparément, et en contrôlant à l'aide du pH-mètre (4.1), ajouter, à l'aide d'une pipette graduée ou d'une burette, et tout en agitant, suivant le cas, la quantité de solution d'hydroxyde de sodium (3.2) ou

d'acide sulfurique (3.6) nécessaire pour amener la valeur du pH à celle optimale définie selon 6.1.

NOTE — Pour la correction de la valeur du pH, il n'est pas rigoureusement nécessaire d'employer les solutions alcalines ou acides ayant la concentration prévue par la méthode, c'est-à-dire 2 N environ. On peut aussi bien employer des solutions plus diluées que plus concentrées, à condition que la quantité de solution alcaline ou acide nécessaire à la correction de la valeur du pH ne dépasse pas 2 ml environ; cela dans le but de ne pas augmenter excessivement le volume de la solution, en tenant compte de la quantité des réactifs à introduire pour le développement de la coloration et du volume final (50,0 ml).

Noter le volume de solution d'hydroxyde de sodium ou d'acide sulfurique employé pour la correction du pH, et rejeter les solutions.

6.2.1.2 PRÉPARATION DES SOLUTIONS TÉMOINS, se rapportant à des mesurages spectrophotométriques effectués en cuves de 4 ou 5 cm de parcours optique

Dans une série de six fioles jaugées de 50 ml, introduire 10,0 ml de la solution du mélange de réactifs (3.13) et ajouter ensuite les volumes de la solution étalon de titane (3.17) indiqués dans le tableau 1.

TABLEAU 1

Volume de la solution étalon de titane (3.17) ml	Masse correspondante de titane mg
0	0
1,0	0,002 5
2,0	0,005
4,0	0,010
8,0	0,020
12,0	0,030

* Solution de compensation.

Ajouter ensuite, dans chaque fiole, la quantité de solution d'hydroxyde de sodium (3.2) ou d'acide sulfurique (3.6) employée dans l'essai préliminaire (voir 6.2.1.1) pour la correction du pH de la solution correspondant à la même concentration en titane, et homogénéiser.

6.2.2 Teneur en titane comprise entre 0,03 et 0,3 % (m/m)

6.2.2.1 ESSAI PRÉLIMINAIRE DE CORRECTION DU pH

Dans une série de sept béchers de capacité convenable (par exemple 100 ml), introduire 10,0 ml de la solution du mélange de réactifs (3.13) et ajouter 0 (solution de compensation) — 1,0 — 2,0 — 4,0 — 6,0 — 8,0 — 12,0 ml de la solution étalon de titane (3.16). Ajouter ensuite, dans

1) L'échantillonnage de l'aluminium et des alliages d'aluminium fera l'objet d'une Norme internationale ultérieure.

chaque bécher, goutte à goutte, la solution de permanganate de potassium (3.9) jusqu'à l'obtention d'une coloration rose pâle persistante.

Continuer en suivant le mode opératoire spécifié en 6.2.2.1, à partir du deuxième alinéa.

6.2.2.2 PRÉPARATION DES SOLUTIONS TÉMOINS, se rapportant à des mesurages spectrophotométriques effectués en cuves de 1 cm de parcours optique

Dans une série de sept fioles jaugées de 50 ml, introduire 10,0 ml de la solution du mélange de réactifs (3.13) et ajouter ensuite les volumes de la solution étalon de titane (3.16) indiqués dans le tableau 2.

TABLEAU 2

Volume de la solution étalon de titane (3.16)	Masse correspondante de titane
ml	mg
0*	0
1,0	0,015
2,0	0,030
4,0	0,060
6,0	0,090
8,0	0,120
12,0	0,180

* Solution de compensation.

Ajouter ensuite, dans chaque fiole, la quantité de solution d'hydroxyde de sodium (3.2) ou d'acide sulfurique (3.6) employée dans l'essai préliminaire (voir 6.2.2.1) pour la correction du pH de la solution correspondant à la même concentration en titane, et homogénéiser.

6.2.3 Développement de la coloration

Ajouter, dans chaque fiole, goutte à goutte, la solution de permanganate de potassium (3.9) jusqu'à l'obtention d'une coloration rose pâle persistante.

Éliminer l'excès de permanganate de potassium avec un très léger excès de la solution de sulfite de sodium (3.8), puis ajouter 10,0 ml de la solution tampon (3.10), 1,0 ml de la solution d'acide ascorbique (3.11) et 5,0 ml de la solution d'acide chromotropique (3.12). Agiter après l'ajout de chaque réactif; compléter au volume et homogénéiser.

6.2.4 Mesures spectrophotométriques

Quinze minutes après l'addition de la solution d'acide chromotropique (3.12), mais avant 40 min, effectuer les mesurages spectrophotométriques au moyen du spectrophotomètre (4.2) au maximum de la courbe d'absorption (longueur d'onde aux environs de 470 nm), après avoir ajusté l'appareil au zéro d'absorbance par rapport à la solution de compensation.

6.2.5 Tracé de la courbe

Tracer les deux graphiques, en portant, par exemple, sur l'axe des abscisses, les valeurs, exprimées en milligrammes, des quantités de titane contenues dans 50 ml de solution témoin et, sur l'axe des ordonnées, les valeurs correspondantes de l'absorbance.

6.3 Dosage

6.3.1 Prise d'essai

Peser, à 0,001 g près, environ 1 g de l'échantillon pour essai (5.2).

6.3.2 Essai à blanc

Effectuer, parallèlement à l'analyse, un essai à blanc en suivant le même mode opératoire et en utilisant les mêmes quantités de tous les réactifs que celles employées pour l'analyse, en réduisant toutefois à 10,0 ml la quantité de la solution d'acide sulfurique (3.4) employée pour acidifier la solution alcaline d'attaque (voir 6.3.3).

6.3.3 Attaque de la prise d'essai

Placer la prise d'essai (6.3.1) dans un récipient de capacité convenable (par exemple bécher de 250 ml) et ajouter 25,0 ml de la solution d'hydroxyde de sodium (3.1). Recouvrir d'un verre de montre et, si nécessaire, chauffer modérément pour amorcer la réaction. Une fois l'attaque terminée, rincer le verre de montre et les parois du bécher avec un peu d'eau chaude. Faire ensuite bouillir durant quelques minutes. Laisser refroidir, diluer à 60 ml environ et ajouter 1,80 ml de la solution d'acide nitrique (3.3) et 16,50 ml de la solution d'acide sulfurique (3.4).

Homogénéiser et faire bouillir jusqu'à dissolution des sels. S'il se sépare du dioxyde de manganèse, ajouter quelques gouttes de la solution d'acide sulfureux (3.7) et faire bouillir durant quelques minutes.

6.3.4 Préparation de la solution d'essai

Refroidir à la température ambiante et transvaser la solution (6.3.3) dans une fiole jaugée de 100 ml. Laver à l'eau, compléter au volume et homogénéiser.

NOTE — Il est conseillé de ne pas interrompre à ce point le déroulement du dosage, afin d'éviter l'hydrolyse du titane en solution.

Si nécessaire, filtrer la solution (ou seulement une partie de la solution) sur papier filtre sec à texture serrée, en recueillant le filtrat dans un récipient sec.

6.3.5 Essai préliminaire de correction du pH

Dans un bécher de capacité convenable (par exemple 100 ml), introduire une partie aliquote de 10,0 ml de la solution d'essai (6.3.4) si la teneur présumée en titane est inférieure à 0,15 % (m/m), ou de 5,0 ml additionnée de 5,0 ml de la solution de l'essai à blanc (6.3.2) si la teneur présumée en titane est supérieure à 0,15 % (m/m).

Ajouter ensuite, goutte à goutte, la solution de permanganate de potassium (3.9) jusqu'à l'obtention d'une coloration rose pâle persistante. Continuer en suivant le mode opératoire spécifié en 6.2.1.1, à partir du deuxième alinéa.

6.3.6 Développement de la coloration

Introduire, dans une fiole jaugée de 50 ml, une partie aliquote de la solution d'essai (6.3.4) – ainsi que l'éventuel volume complémentaire de la solution de l'essai à blanc (6.3.2) – de même volume que celle utilisée pour la correction du pH (voir 6.3.5). Ajouter la quantité de solution d'hydroxyde de sodium (3.2) ou d'acide sulfurique (3.6) utilisée pour la correction du pH (voir 6.3.5).

Ajouter ensuite, goutte à goutte, la solution de permanganate de potassium (3.9) jusqu'à l'obtention d'une coloration rose pâle persistante. Continuer en suivant le mode opératoire spécifié en 6.2.3, deuxième alinéa.

6.3.7 Évaluation de la coloration de la solution d'essai (couleur de fond)

Si l'alliage soumis à l'essai contient des éléments qui forment en solution des ions colorés (par exemple chrome), prélever une troisième partie aliquote de la solution d'essai (6.3.4) égale à celle qui est employée pour l'analyse. Introduire cette partie aliquote dans une fiole jaugée de 50 ml et procéder au développement de la coloration en suivant le mode opératoire spécifié en 6.3.6, *sans toutefois ajouter l'acide chromotrope* (3.12).

6.3.8 Mesures spectrophotométriques

Quinze minutes après l'addition de la solution d'acide chromotrope (3.12), mais avant 40 min, effectuer les mesurages spectrophotométriques au moyen du spectrophotomètre (4.2) au maximum de la courbe d'absorption (longueur d'onde aux environs de 470 nm), après avoir ajusté l'appareil au zéro d'absorbance par rapport à l'eau.

Soit

A_0 – l'absorbance mesurée pour la partie aliquote de la solution d'essai (6.3.4);

A_1 – l'absorbance de la couleur de fond d'une partie aliquote correspondante de la solution d'essai (6.3.4);

A_2 – l'absorbance mesurée pour une partie aliquote correspondante de la solution de l'essai à blanc (6.3.2).

7 EXPRESSION DES RÉSULTATS

Évaluer, pour la solution d'essai, l'absorbance du complexe titane-acide chromotrope [$A_0 - (A_1 + A_2)$].

Au moyen de la courbe d'étalonnage (voir 6.2.5), déterminer la quantité de titane correspondant à la différence précitée.

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

$$\frac{m_1 \times D}{10 m_0}$$

où

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai (6.3.1);

m_1 est la masse, en milligrammes, de titane trouvé dans la partie aliquote de la solution d'essai (6.3.4) prélevée pour le dosage;

D est le rapport du volume de la solution d'essai au volume de la partie aliquote prélevée pour le dosage.

8 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

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

- identification de l'échantillon;
- 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 de l'essai;
- compte rendu de toutes opérations non prévues dans la présente Norme internationale, ou de toutes opérations facultatives.

ANNEXE

CAS PARTICULIER DES ALLIAGES D'ALUMINIUM DONT LA TENEUR EN SILICIUM EST SUPÉRIEURE À 1 % (m/m)**A.1 PRINCIPE**

Pour les alliages dont la teneur en silicium est relativement élevée, il est nécessaire de procéder à l'évaporation jusqu'à consistance sirupeuse de la solution alcaline de la prise d'essai, dans le but de garantir la solubilisation complète du silicium. Le dosage est alors effectué suivant la méthode générale.

A.2 MODIFICATIONS À APPORTER À LA MÉTHODE GÉNÉRALE**A.2.1 Remplacer le paragraphe 6.3.2, «Essai à blanc», par le suivant :**

Effectuer, parallèlement à l'analyse, un essai à blanc en suivant le mode opératoire du cas particulier et en utilisant les mêmes quantités de tous les réactifs que celles employées pour l'analyse, en réduisant toutefois à 10,0 ml la quantité de la solution d'acide sulfurique (3.4) employée pour acidifier la solution alcaline d'attaque (voir A.2.2).

A.2.2 Remplacer le paragraphe 6.3.3, «Attaque de la prise d'essai», par le suivant :

Placer la prise d'essai (6.3.1) dans un récipient en platine de capacité convenable (par exemple capsule ou cuve de 200 ml environ) et ajouter 25,0 ml de la solution d'hydroxyde de sodium (3.1). Recouvrir d'un couvercle en platine et, si nécessaire, chauffer modérément pour amorcer la réaction. Une fois l'attaque terminée, rincer à l'eau chaude le couvercle en platine et les parois du récipient en platine, puis, en évitant toute projection, évaporer la solution jusqu'à consistance sirupeuse. Après refroidissement, reprendre par environ 40 ml d'eau chaude, chauffer modérément pour compléter la dissolution, puis faire bouillir durant quelques minutes. Laisser refroidir, diluer à 60 ml environ et ajouter 1,80 ml de la solution d'acide nitrique (3.3) et 16,50 ml de la solution d'acide sulfurique (3.4).

Homogénéiser et faire bouillir jusqu'à dissolution des sels. S'il se sépare du dioxyde de manganèse, ajouter quelques gouttes de la solution d'acide sulfureux (3.7) et faire bouillir durant quelques minutes.