

---

---

**Aciers et fontes — Détermination du  
nickel — Méthode gravimétrique ou  
titrimétrique**

*Steel and iron — Determination of nickel content — Gravimetric or  
titrimetric method*

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO 4938:2016](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2bded0cd-4ae1-4ec2-a950-a7594d27fle3/iso-4938-2016)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2bded0cd-4ae1-4ec2-a950-  
a7594d27fle3/iso-4938-2016](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2bded0cd-4ae1-4ec2-a950-a7594d27fle3/iso-4938-2016)



**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 4938:2016

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2bded0cd-4ae1-4ec2-a950-a7594d27fle3/iso-4938-2016>



**DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT**

© ISO 2016, Publié en Suisse

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, 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, l'affichage sur l'internet ou sur un Intranet, sans autorisation écrite préalable. Les demandes d'autorisation peuvent être adressées à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office  
Ch. de Blandonnet 8 • CP 401  
CH-1214 Vernier, Geneva, Switzerland  
Tel. +41 22 749 01 11  
Fax +41 22 749 09 47  
copyright@iso.org  
www.iso.org

## Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
<b>1</b> <b>Domaine d'application</b> .....	<b>1</b>
<b>2</b> <b>Références normatives</b> .....	<b>1</b>
<b>3</b> <b>Principe</b> .....	<b>1</b>
<b>4</b> <b>Réactifs</b> .....	<b>1</b>
<b>5</b> <b>Appareillage</b> .....	<b>4</b>
<b>6</b> <b>Prélèvement</b> .....	<b>5</b>
<b>7</b> <b>Mode opératoire</b> .....	<b>5</b>
7.1    Prise d'essai.....	5
7.2    Détermination.....	5
7.2.1    Préparation de la solution pour essai.....	5
7.2.2    Première précipitation du nickel.....	6
7.2.3    Deuxième précipitation du nickel.....	7
7.2.4    Gravimétrie.....	7
7.2.5    Titrimétrie.....	7
<b>8</b> <b>Expression des résultats</b> .....	<b>8</b>
8.1    Méthode de calcul.....	8
8.1.1    Gravimétrie.....	8
8.1.2    Titrimétrie.....	8
8.2    Fidélité.....	9
<b>9</b> <b>Rapport d'essai</b> .....	<b>9</b>
<b>Annexe A</b> (informative) <b>Informations supplémentaires sur l'essai interlaboratoires</b> .....	<b>11</b>
<b>Annexe B</b> (informative) <b>Représentation graphique des données de fidélité</b> .....	<b>13</b>
<b>Annexe C</b> (normative) <b>Détermination du nickel dans les filtrats combinés par spectrométrie d'absorption atomique</b> .....	<b>15</b>
<b>Bibliographie</b> .....	<b>18</b>

## 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 (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir [www.iso.org/directives](http://www.iso.org/directives)).

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir [www.iso.org/brevets](http://www.iso.org/brevets)).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'OMC concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: [Avant-propos — Informations supplémentaires](http://standards.iteh.ai/catalog/standards/sis/2bdcdd0cd-4ae1-4ec2-a950-a7594d27f1e3/iso-4938-2016).

Le comité chargé de l'élaboration du présent document est l'ISO/TC 17, *Acier*, sous-comité SC 1, *Méthodes de détermination de la composition chimique*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 4938:1988) qui a été révisée techniquement.

# Aciers et fontes — Détermination du nickel — Méthode gravimétrique ou titrimétrique

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode gravimétrique ou titrimétrique de détermination du nickel dans les aciers et les fontes.

La méthode est applicable aux teneurs en nickel comprises entre 1 % et 30 % (fraction massique).

## 2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 648, *Verrerie de laboratoire — Pipettes à un volume*

ISO 1042, *Verrerie de laboratoire — Fioles jaugées à un trait*

ISO 3696, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai*

ISO 4793, *Filtres frittés de laboratoire — Échelle de porosité — Classification et désignation*

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

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2bded0cd-4ae1-4ec2-a950-a7594d27f1e3/iso-4938-2016>

## 3 Principe

Mise en solution d'une prise d'essai par des acides appropriés.

Précipitation du nickel sous la forme de nickel-diméthylglyoxime.

- Le cobalt éventuellement présent est oxydé par l'hexacyanoferrate (III) de potassium.
- Le cuivre, éventuellement présent avec le cobalt, doit de préférence être éliminé par électrolyse sous potentiel contrôlé.

Dissolution acide du précipité et filtration de la solution suivie d'une seconde précipitation du nickel sous la forme de nickel-diméthylglyoxime.

Dans le cas de la gravimétrie, pesée du précipité de nickel-diméthylglyoxime séché.

Dans le cas de la titrimétrie, dissolution acide du précipité, ajout d'une solution de d'EDTA.Na<sub>2</sub> en excès et titrage en retour de l'excès d'EDTA.Na<sub>2</sub> par une solution étalon de zinc, en présence de xylénol orange comme indicateur.

Dans les deux cas, détermination du nickel résiduel dans le(s) filtrat(s) par spectrométrie d'absorption atomique (voir [Annexe C](#)).

## 4 Réactifs

Au cours de l'analyse, sauf indication contraire, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau distillée de grade 2, comme spécifié par l'ISO 3696, ou de pureté équivalente.

4.1 **Hydrogénosulfate de sodium** (NaHSO<sub>4</sub>).

4.2 **Ethanol**, 95 % (fraction volumique).

4.3 **Acide acétique cristallisé**,  $\rho$  1,05 g/ml environ.

4.4 **Acide fluorhydrique**,  $\rho$  1,15 g/ml environ.

**AVERTISSEMENT** — L'acide fluorhydrique est extrêmement irritant et corrosif pour la peau et les muqueuses et provoque de sévères brûlures de la peau, longues à guérir. En cas de contact avec la peau, bien nettoyer avec de l'eau, appliquer un gel topique contenant 2,5 % (fraction en masse) de gluconate de calcium et consulter immédiatement un médecin.

4.5 **Acide nitrique**,  $\rho$  1,40 g/ml environ.

4.6 **Acide perchlorique**,  $\rho$  1,54 g/ml environ.

**AVERTISSEMENT** — Les vapeurs d'acide perchlorique peuvent produire des explosions en présence d'ammoniac, de vapeurs nitreuses ou de matières organiques en général.

4.7 **Acide sulfurique**,  $\rho$  1,84 g/ml environ.

4.8 **Ammoniaque**, solution  $\rho$  0,90 g/ml environ.

4.9 **Acide chlorhydrique**,  $\rho$  1,19 g/ml environ, dilué 1 + 1.

Ajouter 500 ml d'acide chlorhydrique ( $\rho$  environ 1,19 g/ml) à 500 ml d'eau.

4.10 **Acide chlorhydrique**,  $\rho$  1,19 g/ml environ, dilué 1 + 99.

Ajouter 10 ml d'acide chlorhydrique ( $\rho$  environ 1,19 g/ml) à 990 ml d'eau.

4.11 **Acide nitrique**,  $\rho$  1,40 g/ml environ, dilué 2 + 3.

Ajouter 200 ml d'acide nitrique (4.5) à 300 ml d'eau.

4.12 **Acide perchlorique**,  $\rho$  1,54 g/ml environ, dilué 1 + 49.

Ajouter 10 ml d'acide perchlorique (4.6) à 490 ml d'eau.

4.13 **Ammoniaque**,  $\rho$  0,90 g/ml environ, diluée 1 + 1.

Ajouter 500 ml d'ammoniac (4.8) à 500 ml d'eau.

4.14 **Ammoniaque**,  $\rho$  0,90 g/ml environ, diluée 1 + 3.

Ajouter 100 ml d'ammoniac (4.8) à 300 ml d'eau.

4.15 **Mélange d'acides chlorhydrique et nitrique.**

Mélanger trois volumes d'acide chlorhydrique ( $\rho$  1,19 g/ml environ) et un volume d'acide nitrique (4.5).

Cette solution doit être préparée juste avant l'emploi.

4.16 **Acétate d'ammonium**, solution à 200 g/l.

**4.17 Solution tampon de citrate d'ammonium.**

Dissoudre 500 g d'acide citrique monohydraté ( $C_6H_8O_7 \cdot H_2O$ ) dans 675 ml d'ammoniaque (4.8) et diluer à 1 l avec de l'eau.

Filtrer avant l'emploi.

**4.18 Acide citrique**, solution à 500 g/l.

Dissoudre 500 g d'acide citrique monohydraté ( $C_6H_8O_7 \cdot H_2O$ ) dans de l'eau et diluer à 1 l.

Filtrer avant l'emploi.

**4.19 Diméthylglyoxime**, solution à 30 g/l en milieu alcalin.

Dissoudre 20 g d'hydroxyde de potassium dans 400 ml d'eau, ajouter 30 g de diméthylglyoxime ( $C_4H_8N_2O_2$ ) et agiter jusqu'à dissolution complète. Diluer à 1 l avec de l'eau et homogénéiser.

Filtrer avant l'emploi.

**4.20 Diméthylglyoxime**, solution à 10 g/l en milieu éthanolique.

Dissoudre 10 g de diméthylglyoxime ( $C_4H_8N_2O_2$ ) dans 1 000 ml d'éthanol (4.2).

Filtrer avant l'emploi.

**4.21 Dihydrogène sulfate d'hydrazine** ( $N_2H_6SO_4$ ), solution à 100 g/l.**4.22 Hexacyanoferrate (III) de potassium**,  $K_3[Fe(CN)_6]$ , solution à 100 g/l.

Cette solution est stable pendant 30 jours environ.

1 ml correspond approximativement à environ 0,02 g de cobalt et manganèse, respectivement.

**4.23 Eau de rinçage**, ajustée à pH 8 à l'aide de quelques gouttes d'ammoniaque (4.13).**4.24 Ethylène-diamine-tétraacétate de sodium** ( $EDTA.Na_2$ ), solution étalon.**4.24.1 Préparation de la solution**

Dissoudre 6,33 g d'éthylène-diamine-tétraacétate de sodium ( $C_{10}H_{14}O_8N_2Na_2 \cdot 2H_2O$ ) dans de l'eau, transvaser dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon correspond à environ 1 mg de nickel.

**4.24.2 Étalonnage de la solution**

Introduire 25,0 ml de la solution étalon de nickel (4.24.3) dans un bécher de 250 ml et ajouter 33 ml de solution d' $EDTA.Na_2$  (4.24.1). Ajouter 15 ml de solution d'acétate d'ammonium (4.16) et diluer à environ 150 ml avec de l'eau. Continuer comme indiqué au troisième alinéa en 7.2.5.

La concentration correspondante,  $c$ , de solution étalon d'EDTA.Na<sub>2</sub> (4.24.1) exprimée en milligrammes de nickel par millilitre, est donnée par la Formule (1):

$$c = \frac{(m_1 \times 25) + (m_2 \times V_1)}{V_2} \quad (1)$$

où

$m_1$  est la masse de nickel contenu dans 1 ml de la solution étalon de nickel (4.24.3), en milligrammes;

$m_2$  est la masse de nickel correspondant à 1 ml de la solution étalon de zinc (4.25), en milligrammes;

$V_1$  est le volume de solution étalon de zinc (4.25) utilisé pour le titrage, en millilitres;

$V_2$  est le volume de solution étalon d'EDTA.Na<sub>2</sub> (4.24.1) utilisé pour l'étalonnage, en millilitres.

#### 4.24.3 Préparation de la solution étalon de nickel

Peser à 0,1 mg près, 1,000 g de nickel [Ni > 99,95 % (fraction massique)]. Mettre en solution par 20 ml d'acide nitrique (4.11). Faire bouillir pour éliminer les vapeurs nitreuses, refroidir, transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

1 ml de cette solution de référence contient 1,0 mg de Ni.

#### 4.25 Zinc, solution étalon. iTeh STANDARD PREVIEW

Peser à 0,1 mg près, 1,114 0 g de zinc [pureté > 99,9 % (fraction massique)], et les introduire dans un bécher de 300 ml. Si le zinc est oxydé, il devrait être nettoyé avec de l'acide chlorhydrique (4.9), de l'eau et de l'acétone, et séché pendant 5 min à 110 °C.

Ajouter environ 50 ml d'eau, 20 ml d'acide chlorhydrique (4.9) et 5 gouttes d'eau de brome saturée. Couvrir d'un verre de montre et chauffer jusqu'à mise en solution complète du métal. Poursuivre le chauffage jusqu'à ce que la coloration du brome disparaisse, refroidir à température ambiante et ajouter 20 ml d'acide acétique cristallisé (4.3). Ajuster le pH de la solution à  $6,0 \pm 0,2$  avec de l'ammoniaque (4.14). Transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon correspond à 1,0 mg de Ni et aussi approximativement à 1 ml de la solution étalon d'EDTA.Na<sub>2</sub> (4.24).

#### 4.26 Xylénol orange, solution à 1 g/l.

Pulvériser 0,1 g de xylénol orange (C<sub>31</sub>H<sub>28</sub>N<sub>2</sub>O<sub>13</sub>SN<sub>4</sub>) avec un peu d'eau pour former une pâte. Diluer à 100 ml avec de l'eau. Filtrer et conserver la solution dans un récipient fermé en verre ambré.

Cette solution est stable pendant une semaine.

## 5 Appareillage

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

Outre du matériel courant de laboratoire, on doit utiliser ce qui suit.

**5.1 Filtres en verre frité**, de porosité P16, conformément à l'ISO 4793.

**5.2 pH-mètre.**



**5.3 Appareillage d'électrolyse à potentiel contrôlé**, avec électrode de référence au calomel saturé et électrode de platine.

## 6 Prélèvement

Effectuer le prélèvement conformément aux spécifications de l'ISO 14284 ou des normes nationales appropriées relatives aux aciers et fontes.

## 7 Mode opératoire

### 7.1 Prise d'essai

La prise d'essai doit être choisie de sorte que la quantité de nickel à précipiter se situe entre 25 mg et 70 mg pour la gravimétrie, et entre 25 mg et 40 mg pour la titrimétrie.

Par exemple, si la teneur probable en nickel est de 3,5 % (fraction massique), peser environ 1 g de prise d'essai. Toutes les pesées doivent se faire à 0,1 mg près.

### 7.2 Détermination

#### 7.2.1 Préparation de la solution pour essai

Introduire la prise d'essai (7.1) dans un bécher de volume convenable (par exemple, 400 ml pour des prises d'essai inférieures ou égales à 2,5 g, et 600 ml pour des prises d'essai supérieures à 2,5 g). Ajouter 30 ml du mélange d'acides chlorhydrique et nitrique (4.15) pour les prises d'essai inférieures ou égales à 2,5 g, et 50 ml pour les autres prises d'essai. Couvrir le bécher d'un verre de montre et chauffer entre 50 °C et 60 °C jusqu'à ce que la réaction soit terminée, puis ajouter 0,5 ml à 1 ml d'acide fluorhydrique (4.4). Ajouter ensuite 30 ml d'acide perchlorique (4.6) pour les prises d'essai inférieures ou égales à 2,5 g et 50 ml pour les autres prises d'essai.

Élever la température jusqu'à environ 180 °C et évaporer la solution jusqu'à dégagement d'intenses fumées blanches d'acide perchlorique.

Couvrir le bécher d'un verre de montre sec et poursuivre le chauffage à fumées jusqu'à oxydation complète du chrome, s'il est présent (à ce stade, la solution prend la couleur orange du dichromate).

Enlever le bécher de la source de chaleur et laisser refroidir. Ajouter 100 ml d'eau et chauffer pour dissoudre les sels. Faire bouillir pendant 5 min environ pour éliminer les composés chlorés.

Filtrer sur un filtre à filtration rapide pour éliminer le graphite et les oxydes de silicium, de tungstène, de niobium et de tantale. Recueillir le filtrat dans un bécher de 800 ml et rincer huit à dix fois avec de l'acide perchlorique (4.12) chaud, puis deux fois avec de l'eau.

NOTE Cette solution est la solution principale.

Introduire le filtre et le résidu dans un creuset de platine. Sécher, incinérer puis calciner à une température de 900 °C. Traiter le résidu avec de l'acide fluorhydrique (4.4), évaporer et fondre le résidu avec une petite quantité d'hydrogénosulfate de sodium (4.1), en chauffant modérément le creuset.

Laisser refroidir le creuset, reprendre les produits de fusion par de l'eau chaude et joindre à la solution principale.

## 7.2.2 Première précipitation du nickel

**7.2.2.1** Ce qui suit s'applique aux prises d'essai contenant moins de 5 mg de cuivre et moins de 5 mg de cobalt.

Diluer la solution pour essai préparée en 7.2.1 à environ 400 ml avec de l'eau et ajouter 50 ml d'acide citrique (4.18). Neutraliser avec de l'ammoniaque (4.13) et re-acidifier légèrement avec de l'acide chlorhydrique (4.9). Chauffer à 90 °C et verser directement dans la solution 10 ml de solution de diméthylglyoxime (4.20) pour chaque fraction de 10 mg de nickel présent.

Neutraliser la solution avec de l'ammoniaque (4.13), ajouter 2 ml en excès et bien agiter. Laisser la solution reposer à environ 65 °C, pendant 2 h environ. Refroidir rapidement à température ambiante.

Filtrer à travers un filtre à filtration rapide durci de 12,5 cm et rincer six à huit fois avec l'eau de rinçage froide (4.23).

**7.2.2.2** Ce qui suit s'applique aux prises d'essai contenant plus de 5 mg de cuivre.

Suivre le mode opératoire indiqué en 7.2.2.1, mais augmenter la quantité de solution de diméthylglyoxime (4.20) pour la précipitation. En ajouter 10 ml pour chaque fraction de 10 mg de nickel présent, plus 30 ml en excès.

**7.2.2.3** Ce qui suit s'applique aux prises d'essai contenant plus de 5 mg de cobalt.

Concentrer par évaporation la solution pour essai préparée en 7.2.1 ou en 7.2.2.4, à 100 ml environ.

Transvaser la solution dans un bécher de 600 ml contenant 100 ml de solution tampon de citrate d'ammonium (4.17) et 65 ml d'ammoniaque (4.8). Après rinçage du premier bécher avec de l'eau, rincer une fois avec 15 ml d'ammoniaque (4.13) et ajouter les fractions de rinçage à la solution pour essai.

Ajouter une quantité suffisante de la solution d'hexacyanoferrate (III) de potassium (4.22) pour oxyder le cobalt et le manganèse présents, (6 ml pour chaque 0,1 g de cobalt et de manganèse présents) et un excès de 10 % en plus. Bien agiter (la solution doit maintenant être rouge), et à l'aide d'un pH-mètre (5.2), ajuster le pH de la solution à  $8,0 \pm 0,2$  avec de l'ammoniaque (4.8) ou avec de l'acide acétique (4.3). Ajouter 50 ml d'éthanol (4.2) et 100 ml de la solution de diméthylglyoxime (4.19) et bien agiter. Maintenir la solution à température ambiante pendant 4 h en s'assurant que la solution demeure à pH 8.

Filtrer à travers un filtre à filtration rapide durci de 12,5 cm et rincer six à huit fois avec de l'eau de rinçage froide (4.23).

**7.2.2.4** Ce qui suit s'applique aux prises d'essai contenant du cobalt et une forte concentration de cuivre.

À la solution pour essai obtenue en 7.2.1, ajouter goutte à goutte la solution de dihydrogène sulfate d'hydrazine (4.21) jusqu'à réduction complète du chrome.

Éliminer le cuivre par électrolyse de la solution à potentiel contrôlé, en commençant la déposition avec un potentiel de cathode réglé à -0,15 V (contre électrode de référence au calomel), puis en diminuant graduellement à -0,30 V (contre électrode de référence au calomel). La déposition du cuivre doit être terminée après environ 40 min lorsque le courant se stabilise à des valeurs très basses.

L'achèvement de la déposition peut être vérifié par ajout d'environ 20 ml d'eau à la solution pour essai et en poursuivant l'électrolyse. La déposition est terminée si aucune quantité de cuivre ne se dépose après 5 min sur la surface fraîchement immergée de la cathode. Couper le courant alimentant le circuit de l'électrode au calomel. Enlever cette électrode au calomel, puis enlever les électrodes de platine et rincer avec de l'eau.

Ajouter environ 5 ml d'acide nitrique (4.5) et évaporer la solution jusqu'à dégagement de fumées blanches abondantes. Couvrir le bécher d'un verre de montre sec et continuer à chauffer jusqu'à oxydation complète du chrome. Enlever le bécher de la source de chaleur et laisser refroidir. Diluer la

solution avec 100 ml de l'eau, chauffer pour dissoudre les sels et faire bouillir pendant 5 min environ pour éliminer les composés chlorés.

Procéder comme décrit en [7.2.2.3](#).

### 7.2.3 Deuxième précipitation du nickel

La deuxième précipitation du nickel peut être omise pour les prises d'essai contenant moins de 20 mg de cuivre et moins de 25 mg de cobalt, si la titrimétrie est procéder comme décrit en [7.2.5](#).

Placer le filtre et le précipité obtenu en [7.2.2](#) dans le bécher de précipitation et couvrir d'un verre de montre. Ajouter 15 ml d'acide nitrique ([4.5](#)), 10 ml d'acide sulfurique ([4.7](#)) et 4 ml d'acide perchlorique ([4.6](#)), puis chauffer. Elever la température pour évaporer la solution jusqu'à dégagement intense de vapeurs blanches (voir Note 1). Refroidir et diluer à 400 ml environ avec de l'eau.

NOTE 1 L'élimination des matières organiques contenues dans le précipité et le filtre prend normalement de 20 min à 30 min.

Ajouter 10 ml d'acide citrique ([4.18](#)), neutraliser avec de l'ammoniaque ([4.13](#)) et ré-acidifier avec de l'acide chlorhydrique ([4.9](#)). Chauffer la solution à 90 °C et ajouter 10 ml de solution de diméthylglyoxime ([4.20](#)) pour chaque fraction de 10 mg de nickel présent.

Neutraliser avec de l'ammoniaque ([4.13](#)) et ajouter 2 ml à l'excès. Bien agiter et laisser reposer à 80 °C pendant 2 h. Laisser la solution refroidir lentement jusqu'à 50 °C, ajouter 50 ml d'éthanol ([4.2](#)) (voir Note 2), bien agiter et laisser refroidir jusqu'à 35 °C.

NOTE 2 L'éthanol est ajouté pour compenser la perte due à l'évaporation et pour prévenir la séparation éventuelle de la diméthylglyoxime à une température plus basse.

### 7.2.4 Gravimétrie

Recueillir le précipité obtenu en [7.2.3](#) sur un filtre en verre fritté ([4.1](#)) préalablement séché à 100 °C, refroidi en dessiccateur et pesé toutes les 10 min jusqu'à masse constante. Rincer le bécher et le creuset 15 fois avec de l'eau de rinçage ([4.23](#)) à 45 °C. Ne jamais laisser le précipité sécher pendant l'étape de rinçage.

Sécher le creuset et le précipité à 110 °C pendant 2 h, refroidir dans un dessiccateur et peser par intervalles de 10 min jusqu'à masse constante.

Combiner les filtrats obtenus en [7.2.2](#) et [7.2.4](#). Evaporer à consistance sirupeuse. Ajouter 50 ml d'acide chlorhydrique ( $\rho$  environ 1,19 g/ml), par fractions de 10 ml à 15 ml et chauffer. Ajouter 50 ml d'eau chaude et porter à ébullition. Laisser refroidir et transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 200 ml. Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

Déterminer la teneur en nickel des filtrats combinés par spectrométrie d'absorption atomique (voir [Annexe C](#)).

La teneur en nickel des filtrats combinés ne devrait pas dépasser 0,2 % (fraction massique) de l'échantillon d'origine.

NOTE 1 Des teneurs élevées en nickel dans les filtrats peuvent être dues à des creusets défectueux.

NOTE 2 Si la teneur en nickel dans les filtrats est élevée, ou si le spectromètre d'absorption atomique est très sensible, il pourrait être nécessaire de diluer la solution avant les mesurages par absorption atomique.

### 7.2.5 Titrimétrie

Dissoudre le précipité obtenu en [7.2.2](#) ou [7.2.3](#) (voir le paragraphe suivant) du papier-filtre en ajoutant alternativement de petites quantités d'acide nitrique ([4.11](#)) et d'eau chaude et recueillir la solution dans le premier bécher de précipitation.