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

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

Sample Document

get full document from standards.iteh.ai



Numéro de référence
ISO 4938:2016(F)

© ISO 2016

Sample Document

get full document from standards.iteh.ai



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
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Principe	1
4 Réactifs	1
5 Appareillage	4
6 Prélèvement	5
7 Mode opératoire	5
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
8 Expression des résultats	8
8.1 Méthode de calcul	8
8.1.1 Gravimétrie	8
8.1.2 Titrimétrie	8
8.2 Fidélité	9
9 Rapport d'essai	9
Annexe A (informative) Informations supplémentaires sur l'essai interlaboratoires	11
Annexe B (informative) Représentation graphique des données de fidélité	13
Annexe C (normative) Détermination du nickel dans les filtrats combinés par spectrométrie d'absorption atomique	15
Bibliographie	18

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).

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).

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](#).

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*

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.Na₂ en excès et titrage en retour de l'excès d'EDTA.Na₂ 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_4).

4.2 Ethanol, 95 % (fraction volumique).

4.3 Acide acétique cristallisé, ρ 1,05 g/ml environ.

4.4 Acide fluorhydrique, ρ 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, ρ 1,40 g/ml environ.

4.6 Acide perchlorique, ρ 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, ρ 1,84 g/ml environ.

4.8 Ammoniaque, solution ρ 0,90 g/ml environ.

4.9 Acide chlorhydrique, ρ 1,19 g/ml environ, dilué 1 + 1.

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

4.10 Acide chlorhydrique, ρ 1,19 g/ml environ, dilué 1 + 99.

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

4.11 Acide nitrique, ρ 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, ρ 1,54 g/ml environ, dilué 1 + 49.

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

4.13 Ammoniaque, ρ 0,90 g/ml environ, diluée 1 + 1.

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

4.14 Ammoniaque, ρ 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 (ρ 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.