Norme internationale ISO 4740

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

Cuivre et alliages de cuivre — Dosage du zinc — Méthode par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme

Copper and copper alloys — Determination of zinc content — Flame atomic absorption spectrometric method

Première édition — 1985-07-01

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4740:1985
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/590fd75d-e397-49f1-815f-5407b3aa0d39/iso-4740-1985

CDU 669.3 : 543.422 : 546.47 **Réf. nº : ISO 4740-1985 (F)**

Descripteurs : cuivre, alliage de cuivre, analyse chimique, dosage, zinc, méthode d'absorption atomique.

Prix basé sur 4 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 créé à cet effet. 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. Les Normes internationales sont approuvées conformément aux procédures de l'ISO qui requièrent l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

La Norme internationale ISO 4740 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 26, *Cuivre et alliages de cuivre*.

ISO 4740:1985
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/590fd75d-e397-49f1-815f-5407b3aa0d39/iso-4740-1985

© **Organisation internationale de normalisation, 1985** ●

Imprimé en Suisse

Cuivre et alliages de cuivre — Dosage du zinc — Méthode par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme pour le dosage du zinc dans tous les types de cuivre et d'alliages de cuivre, excepté les alliages de cuivre qui contiennent plus de 10 % (m/m) de plomb.

La méthode est applicable au dosage du zinc dont la teneur est comprise entre 0,001 et 6 % (m/m).

2 Référence

ISO/R 1811, *Analyse chimique du cuivre et des alliages de cuivre — Échantillonnage des formes brutes d'affinerie en cuivre.* [1)]

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 4740:1985
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/590fd75d-e397-49f1-815f-5407b3aa0d39/iso-4740-1985

3 Principe

Mise en solution d'une prise d'essai dans un milieu acide fluoroborique-nitrique, suivie d'une nébulisation dans la flamme air-acétylène d'un spectromètre d'absorption atomique dans la flamme. Comparaison entre l'absorption de l'énergie de résonance du zinc à une longueur d'onde de 213,8 nm et celle de solutions témoins de zinc.

4 Réactifs

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

4.1 Acide nitrofluoroborique, réactif d'attaque.

Mélanger ensemble 300 ml d'une solution d'acide borique (40 g/l), 30 ml d'acide fluorhydrique [40 % (V/V)], 500 ml d'acide nitrique (ϱ 1,40 g/ml) et 150 ml d'eau.

4.2 Cuivre, solution de base.

Introduire 10,0 g de cuivre dont la teneur n'est pas supérieure à 0,000 2 % (m/m) de zinc dans un bécher en PTFE de 1 000 ml. Ajouter 400 ml du réactif d'attaque (4.1) et faire chauffer doucement jusqu'à dissolution complète du cuivre. Faire bouillir la solution jusqu'à élimination complète des vapeurs nitreuses. Faire refroidir, puis transvaser la solution dans une fiole jaugée de 500 ml, diluer au trait de jauge avec de l'eau et homogénéiser.

50 ml de cette solution contiennent 1 g de cuivre et 40 ml du réactif d'attaque (4.1).

4.3 Zinc, solution mère étalon correspondant à 5 g de Zn par litre.

Placer 2,5 ± 0,000 1 g de zinc métallique (pureté 99,99 %) dans un bécher forme haute de 250 ml. Ajouter 50 ml de solution d'acide nitrique (ϱ 1,40 g/ml, diluée 1 + 1), couvrir et chauffer doucement jusqu'à dissolution complète du métal. Faire bouillir la solution plusieurs minutes afin de chasser les vapeurs nitreuses, puis refroidir. Transvaser la solution dans une fiole jaugée de 500 ml, diluer au trait de jauge avec de l'eau et homogénéiser.

1 ml de cette solution mère étalon contient 5 mg de Zn.

4.4 Zinc, solution étalon correspondant à 0,5 g de Zn par litre.

Transvaser 100,0 ml de la solution mère étalon de zinc (4.3) dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Diluer au trait de jauge avec de l'eau et homogénéiser.

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

4.5 Zinc, solution étalon correspondant à 0,05 g de Zn par litre.

Transvaser 10,0 ml de la solution mère étalon de zinc (4.3) dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Diluer au trait de jauge avec de l'eau et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 0,05 mg de Zn.

4.6 Zinc, solution étalon correspondant à 0,01 g de Zn par litre.

Transvaser 20,0 ml de la solution étalon de zinc (4.4) dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Diluer au trait de jauge avec de l'eau et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 0,01 mg de Zn.

1) En cours de révision.

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Béchers, en polytétrafluoréthylène (PTFE) de capacité 250 ml.

5.2 Burette, graduée en 0,05 ml.

5.3 Spectromètre d'absorption atomique dans la flamme, comprenant une source lumineuse émettant les raies caractéristiques du zinc, par exemple une lampe à cathode creuse ou une lampe à excitation haute fréquence (sans électrode).

5.4 Source d'air comprimé

5.5 Acétylène en bouteille

6 Échantillonnage

L'échantillonnage doit être effectué conformément à l'ISO/R 1811. L'échantillon se présentera de préférence sous la forme de copeaux d'une épaisseur maximale de 0,3 mm.

(standards.iteh.ai)
ISO 4740:1985
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/390fd75d-e397-49f1-815f-5407b3aa0d39/iso-4740-1985

7 Mode opératoire

7.1 Préparation des solutions témoins

7.1.1 Teneurs en zinc comprises entre 0,001 et 0,01 % (m/m)

Dans une série de quatre fioles jaugées de 100 ml, introduire les volumes de solution étalon de zinc (4.6) et de solution de base (4.2), tel qu'indiqué dans le tableau 1. Diluer au trait de jauge avec de l'eau et homogénéiser.

Tableau 1

Volume de solution étalon de zinc (4.6)	Volume de solution de base de cuivre (4.2)	Masse de zinc par 100 ml après dilution
ml	ml	mg
0*	50	0
1	50	0,01
5	50	0,05
10	50	0,10

* Essai à blanc des réactifs pour l'étalonnage.

7.1.2 Teneurs en zinc comprises entre 0,005 et 0,06 % (m/m)

Dans une série de six fioles jaugées de 200 ml, introduire les volumes de solution étalon de zinc (4.5) et de solution de base (4.2), tel qu'indiqué dans le tableau 2. Diluer au trait de jauge avec de l'eau et homogénéiser.

Tableau 2

Volume de solution étalon de zinc (4.5)	Volume de solution de base de cuivre (4.2)	Masse de zinc par 100 ml après dilution
ml	ml	mg
0*	50	0
1	50	0,025
2	50	0,050
4	50	0,10
8	50	0,20
12	50	0,30

* Essai à blanc des réactifs pour l'étalonnage.

7.1.3 Teneurs en zinc comprises entre 0,05 et 0,60 % (m/m)

Dans une série de six fioles jaugées de 200 ml, introduire les volumes de solution étalon de zinc (4.4) et de la solution de base (4.2), tel qu'indiqué dans le tableau 3. Diluer au trait de jauge avec de l'eau et homogénéiser. Transvaser 100,0 ml de ces solutions dans chacune des six fioles jaugées de 1 000 ml, diluer au trait de jauge et homogénéiser.

Tableau 3

Volume de solution étalon de zinc (4.4)	Volume de solution de base de cuivre (4.2)	Masse de zinc par 100 ml après dilution finale
ml	ml	mg
0*	50	0
1	50	0,025
2	50	0,05
4	50	0,10
8	50	0,20
12	50	0,30

* Essai à blanc des réactifs pour l'étalonnage.

7.1.4 Teneurs en zinc comprises entre 0,5 et 6 % (m/m)

Dans une série de six fioles jaugées de 200 ml, introduire les volumes de solution mère étalon de zinc (4.3) et de la solution de base (4.2), tel qu'indiqué dans le tableau 4. Diluer au trait de jauge avec de l'eau et homogénéiser. Transvaser 10,0 ml de ces solutions dans chacune des six fioles jaugées de 1 000 ml, diluer au trait de jauge et homogénéiser.

Tableau 4

Volume de solution mère étalon de zinc (4.3)	Volume de solution de base de cuivre (4.2)	Masse de zinc par 100 ml après dilution finale
ml	ml	mg
0*	50	0
1	50	0,025
2	50	0,05
4	50	0,10
8	50	0,20
12	50	0,30

* Essai à blanc des réactifs pour l'étalonnage.

7.2 Préparation de la solution d'essai

7.2.1 Introduire une prise d'essai de 1 ± 0,000 2 g dans un bécher en PTFE (5.1). Si l'on se sert d'un bain-marie pour chauffer, on peut utiliser des béchers en polypropylène ou en polyéthylène de faible densité.

7.2.2 Ajouter 40 ml du réactif d'attaque (4.1), couvrir et chauffer doucement jusqu'à dissolution complète de la prise d'essai. Porter à une température d'environ 90 °C pour éliminer les vapeurs nitreuses. Rincer le verre de montre et les parois du bécher, puis refroidir.

7.2.3 Pour les teneurs en zinc comprises entre 0,001 et 0,01 % (m/m), transvaser la totalité de la solution (7.2.2) dans une fiole jaugée de 100 ml, diluer au trait de jauge et homogénéiser.

7.2.4 Pour les teneurs en zinc comprises entre 0,005 et 0,06 % (m/m), transvaser la totalité de la solution (7.2.2) dans une fiole jaugée de 200 ml, diluer au trait de jauge et homogénéiser.

7.2.5 Pour les teneurs en zinc comprises entre 0,05 et 0,60 % (m/m), transvaser la totalité de la solution (7.2.2) dans une fiole jaugée de 200 ml, diluer au trait de jauge et homogénéiser. Transvaser 100 ml de cette dernière solution dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Diluer au trait de jauge et homogénéiser.

7.2.6 Pour les teneurs en zinc comprises entre 0,50 et 6 % (m/m), transvaser la totalité de la solution (7.2.2) dans une fiole jaugée de 200 ml, diluer au trait de jauge et homogénéiser. Transvaser 10,0 ml de cette dernière solution dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Diluer au trait de jauge et homogénéiser.

7.3 Mesurages spectrométriques

7.3.1 Préparation de l'appareil [1)]

Brancher le dispositif de tension et laisser chauffer. Adapter la lampe à cathode creuse au zinc à l'appareil et régler la longueur d'onde à 213,8 nm. Régler la flamme air-acétylène.

7.3.2 Mesurages des solutions témoins

Transvaser des portions des solutions témoins dans des petits béchers et les nébuliser dans la flamme. Prendre soin de maintenir un débit constant de nébulisation pour toute la gamme des solutions témoins. Noter l'absorbance de chaque solution témoin. Après chaque nébulisation d'une solution témoin, nébuliser un peu d'eau afin de nettoyer le brûleur.

Il peut être nécessaire d'amplifier le signal pour la série de solutions témoins ayant la plus basse teneur en zinc (7.1.1).

7.3.3 Établissement des courbes d'étalonnage

En utilisant les mesures obtenues pour les solutions témoins (7.3.2), tracer les courbes d'étalonnage en portant, sur l'axe des abscisses, les concentrations en zinc (mg/100 ml) et les valeurs correspondantes des absorbances sur l'axe des ordonnées, tout en soustrayant la valeur de l'essai à blanc de chaque valeur étalon.

NOTE — Des études récentes ont démontré que les droites d'étalonnage peuvent avoir une courbure excessive. Une courbure non-acceptable aura un point milieu d'étalonnage qui dépassera de 0,55 l'absorbance de la solution d'étalonnage maximum. Si ce cas se présente, les solutions d'étalonnage (7.1) doivent être diluées au volume minimum standard nécessaire pour atteindre le critère désiré de courbure. Les solutions d'essais (7.2) doivent être diluées dans la même proportion.

7.3.4 Mesurage de la solution d'essai

Mesurer les absorbances de la solution d'essai et du blanc de la même manière que celles des solutions témoins (7.3.2). Encadrer la solution d'essai de deux solutions témoins convenablement choisies. Effectuer les mesures consécutivement et sans interruption afin de réduire au minimum les possibilités de variations de l'instrument.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 4740:1985
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5f0fd7a0-e597-4911-8f35-b0f6c2b0ddfc/iso-4740-1985

7.4 Essai à blanc

Parallèlement au dosage et en suivant le même mode opératoire, effectuer un essai à blanc en utilisant les mêmes quantités de tous les réactifs et de cuivre de haute pureté que celles utilisées pour le dosage, mais en omettant la prise d'essai.

7.5 Essai de contrôle

Procéder à un essai préliminaire de l'appareillage en préparant une solution d'un produit étalon ou d'un échantillon synthétique contenant une quantité connue de zinc et de composition similaire au produit à analyser. Suivre le mode opératoire spécifié en 7.2 et 7.3.

8 Expression des résultats

En utilisant la courbe d'étalonnage appropriée (7.3.3), déterminer la concentration de zinc présente dans la solution d'essai correspondant à l'absorbance mesurée. Calculer la teneur en zinc, exprimée en pourcentage en masse, dans l'échantillon à l'aide de la formule

$$\frac{(m_2 - m_1) \times f \times V}{1\,000 \times m_0}$$

1) Consulter le manuel fourni par le constructeur pour les indications spécifiques au sujet du réglage optimal de l'appareil.

où

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai (1 g);

m_1 est la masse, en milligrammes, du zinc trouvée dans la solution d'essai à blanc;

m_2 est la masse, en milligrammes, du zinc trouvée dans la solution d'essai;

f est le rapport entre le volume de la première fiole, en millilitres, et le volume, en millilitres, introduit dans la deuxième fiole; $f = 1$ lorsque la première fiole contient la solution d'essai finale, c'est-à-dire, s'il n'y a pas d'autre dilution subséquente.

V est le volume, en millilitres, de la fiole qui contient la solution d'essai finale.

9 Procès-verbal d'essai

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

a) identification de l'échantillon;

b) référence de la méthode employée;

c) résultats, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;

d) compte rendu de tous détails particuliers éventuels relevés au cours de l'essai;

e) compte rendu de toutes opérations non prévues dans la présente Norme internationale ou considérées comme facultatives.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 4740:1985
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/590fd75d-e397-49f1-815f-5407b3aa0d39/iso-4740-1985

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4740:1985
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/590fd75d-e397-49f1-815f-5407b3aa0d39/iso-4740-1985

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4740:1985
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/590fd75d-e397-49f1-815f-5407b3aa0d39/iso-4740-1985