Norme internationale ISO 4741

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

Cuivre et alliages de cuivre — Dosage du phosphore — Méthode spectrométrique au molybdovanadate

Copper and copper alloys — Determination of phosphorus content — Molybdovanadate spectrometric method

Première édition — 1984-06-01

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 4741:1984
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/42653584-3f16-4eb3-a14a-4829204d55d3/iso-4741-1984

CDU 669.3 : 543.42 : 546.18 **Réf. nº : ISO 4741-1984 (F)**

Descripteurs : cuivre, alliage de cuivre, annalyse chimique, dosage, phosphore, méthode spectrophotométrique.

Prix basé sur 3 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.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

La Norme internationale ISO 4741 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 26, *Cuivre et alliages de cuivre*, et a été soumise aux comités membres en août 1982.

ISO 4741:1984
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/42653584-3f16-4eb3-a14a-4629204b3a1e/iso-4741-1984

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée:

Afrique du Sud, Rép. d'	Corée, Rép. dém. p. de	Pologne
Allemagne, R.F.	Égypte, Rép. arabe d'	Roumanie
Autriche	Espagne	Suède
Belgique	Finlande	Suisse
Brésil	Hongrie	Tchécoslovaquie
Canada	Iran	Turquie
Chili	Italie	URSS
Chine	Japon	
Corée, Rép. de	Norvège	

Les comités membres des pays suivants l'ont désapprouvée pour des raisons techniques:

Australie
France
USA

© Organisation internationale de normalisation, 1984 ●

Imprimé en Suisse

Cuivre et alliages de cuivre — Dosage du phosphore — Méthode spectrométrique au molybdovanadate

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode spectrométrique au molybdovanadate, pour le dosage du phosphore dans le cuivre et les alliages de cuivre.

La méthode est applicable au dosage du phosphore dont les teneurs sont comprises entre 0,000 5 et 0,5 % (*m/m*), dans tous les types de cuivre et d'alliages de cuivre énumérés dans les Normes internationales.

2 Principe

Mise en solution d'une prise d'essai par l'acide nitrique. Élimination des éléments qui interfèrent, par évaporation en présence des acides perchlorique, fluorhydrique et bromhydrique. Décomposition des phosphates insolubles, par fusion avec le carbonate de sodium.

Pour des teneurs inférieures à 0,01 % (*m/m*), extraction du phosphore sous forme d'acide phosphomolybdique et dosage spectrométrique sous forme de bleu de molybdène; pour des teneurs entre 0,005 et 0,5 % (*m/m*), extraction et dosage spectrométrique sous forme d'acide phosphovanadomolybdique.

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 Acide nitrique, ϱ 1,2 g/ml.

3.2 Acide fluorhydrique, 40 % (*V/V*), ϱ 1,14 g/ml.

3.3 Acide perchlorique, ϱ 1,67 g/ml.

3.4 Acide bromhydrique, ϱ 1,50 g/ml.

3.5 Isobutanol.

3.6 Méthanol.

3.7 Méthyl-isobutyl-cétone.

3.8 Molybdate d'ammonium, solution I.

Dissoudre 50 g de molybdate d'ammonium tétrahydraté [$(NH_4)_6Mo_7O_{24}.4H_2O$] dans 250 ml d'eau. Y ajouter une solution préparée avec 115 ml de l'acide perchlorique (3.3) et 500 ml d'eau à température ambiante. Diluer à 1 000 ml avec de l'eau.

Après entreposage prolongé de cette solution, il pourra se former un précipité blanc, qui n'affectera en rien l'analyse elle-même. Il faudra cependant prendre soin de ne pas contaminer par ce précipité la partie aliquote utilisée dans l'analyse.

Purifier l'aliquote, immédiatement avant usage, en l'agitant avec 10 ml de l'isobutanol (3.5).

3.9 Molybdate d'ammonium, solution II.

Dissoudre 150 g de molybdate d'ammonium tétrahydraté [$(NH_4)_6Mo_7O_{24}.4H_2O$] dans 1 000 ml d'eau.

3.10 Chlorure d'étain(II), solution mère.

Dissoudre 10 g de chlorure d'étain(II) dihydraté ($SnCl_2.2H_2O$) dans 25 ml d'acide chlorhydrique, ϱ 1,19 g/ml.

N'utiliser qu'une solution fraîchement préparée.

3.11 Chlorure d'étain(II), solution diluée.

Diluer 1 ml de la solution mère de chlorure d'étain(II) (3.10) avec 10 ml d'acide sulfurique, ϱ 1,54 g/ml, et de l'eau à un volume de 200 ml.

N'utiliser qu'une solution fraîchement préparée.

3.12 Vanadate d'ammonium, solution.

Dissoudre 2,5 g de vanadate d'ammonium (NH_4VO_3) dans 1 000 ml d'eau.

3.13 Acide citrique, solution.

Dissoudre 500 g d'acide citrique dans 1 000 ml d'eau.

3.14 Phosphore, solution étalon, correspondant à 10 mg de P par litre.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 4741:1984
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4ff9b9b4-3f1c-4ebb-a142-4829204d55d3/iso-4741-1984

Dissoudre avec de l'eau 0,878 6 g d'orthophosphate dihydrogène de potassium (KH_2PO_4), préalablement séché à 105 °C, et diluer à 1 000 ml. Diluer une partie aliquote de 50 ml de cette solution à 1 000 ml.

1 ml de cette solution étalon contient 10 µg de P.

4 Appareillage

Tous les récipients doivent être exempts de toute contamination par le phosphore. Il est recommandé de procéder à un lavage à l'acide chlorhydrique chaud, ϱ 1,19 g/ml.

Matériel courant de laboratoire, et

4.1 Béchers en PTFE, de capacité 100 ml.

4.2 Spectromètre, équipé de cuves de parcours optique de 1 et de 4 cm.

5 Mode opératoire

5.1 Cuivre et alliages de cuivre exempts de zirconium, de titane, de niobium, et/ou de tantale, à teneurs en phosphore comprises entre 0,000 5 et 0,01 % (*m/m*).

5.1.1 Peser, à 0,001 g près, 1,000 g de l'échantillon à analyser.

5.1.2 Dissoudre la prise d'essai dans un bécher en PTFE (4.1) avec 10,0 ml d'acide nitrique (3.1). Chauffer doucement, si nécessaire. Afin d'éliminer le silicium, ajouter 0,50 ml de l'acide fluorhydrique (3.2) et 10,0 ml de l'acide perchlorique (3.3) et chauffer jusqu'au commencement de l'évaporation.

5.1.3 Diluer la solution avec 10 ml d'eau et ajouter 10,0 ml de l'acide bromhydrique (3.4). Afin d'éliminer une interférence causée par l'arsenic, l'antimoine et l'étain, chauffer doucement jusqu'à ce que l'évaporation recommence. Si la teneur en étain est supérieure à 1 % (*m/m*), répéter le traitement avec 10,0 ml de l'acide bromhydrique (3.4) jusqu'au commencement de l'évaporation.

5.1.4 Dissoudre le bromure de cuivre formé au cours des phases d'évaporation en ajoutant plusieurs millilitres de l'acide nitrique (3.1) et amener de nouveau à l'évaporation. Diluer cette solution avec 30 ml d'eau. Chauffer au point d'ébullition pendant 10 min, puis laisser refroidir à la température ambiante.

5.1.5 Si l'on prévoit que la teneur en phosphore sera inférieure à 0,005 % (*m/m*), transvaser toute la solution 5.1.4 dans une ampoule à décanter de 125 ml et diluer à 50 ml avec de l'eau. Si, par contre, une teneur en phosphore supérieure à 0,005 % (*m/m*) est prévue, diluer la solution 5.1.4 à 100 ml avec de l'eau, dans une fiole jaugée, et transférer une partie aliquote de 50 ml dans une ampoule à décanter de 125 ml.

5.1.6 Ajouter 10 ml de la solution I de molybdate d'ammonium (3.8) et extraire l'acide phosphomolybdique avec 15,0 ml de l'isobutanol (3.5), en agitant pendant 30 s. Après séparation des deux phases, transvaser la partie aqueuse dans une autre ampoule à décanter et répéter l'extraction avec 5,0 ml de l'isobutanol (3.5). Faire une troisième extraction avec 5,0 ml de l'isobutanol et jeter ensuite la phase aqueuse.

5.1.7 Réunir les trois extraits butanoliques dans la première ampoule à décanter, et laver en les agitant par deux fois avec 5 ml d'eau, et en rejetant à chaque fois l'eau de lavage. Ajouter 15 ml de la solution de chlorure d'étain(II) (3.11) à la phase organique, et agiter pendant 30 s. Rejeter la phase aqueuse après séparation des phases. Transvaser la phase organique, maintenant colorée en bleu, dans une fiole jaugée de 50 ml, et diluer avec du méthanol (3.6) au trait.

5.1.8 Mesurer l'absorbance immédiatement en utilisant le spectromètre (4.2) équipé d'une cuve photométrique de 1 cm, à une longueur d'onde de 623 nm, en employant un mélange à parties égales de l'isobutanol (3.5) et du méthanol (3.6) dans la cuve de référence.

Déterminer de la même manière la valeur à blanc des réactifs, et corriger les résultats en conséquence.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 4741:1984
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4c2c3ffb-ff4e-4ce5-a1ca-4829204d55d3/iso-4741-1984

5.1.9 Établir une courbe d'étalonnage. Prélever des parties aliquotes de 0 à 8 ml de la solution étalon de phosphore (3.14) et leur faire suivre le procédé complet de l'analyse, en utilisant les mêmes quantités de réactifs. La courbe d'étalonnage est assimilable à une droite et indique une absorbance de 1 pour environ 90 µg de phosphore.

5.2 Cuivre et alliages de cuivre exempts de zirconium, de titane, de niobium et/ou de tantale, à teneurs en phosphore comprises entre 0,005 et 0,5 % (*m/m*).

5.2.1 Peser, à 0,001 g près, 1,000 g de l'échantillon à analyser.

5.2.2 Dissoudre la prise d'essai dans un bécher en PTFE (4.1) avec 10,0 ml de l'acide nitrique (3.1). Chauffer doucement, si nécessaire. Afin d'éliminer le silicium, ajouter 0,50 ml de l'acide fluorhydrique (3.2) et 10,0 ml de l'acide perchlorique (3.3) et chauffer jusqu'au commencement de l'évaporation.

5.2.3 Diluer cette solution avec 10 ml d'eau et ajouter 10,0 ml de l'acide bromhydrique (3.4). Afin d'éliminer toute interférence causée par l'arsenic, l'antimoine et l'étain, chauffer doucement jusqu'à ce que l'évaporation recommence.

5.2.4 Diluer la solution avec 50 ml d'eau et 10 ml de l'acide nitrique (3.1). Chauffer au point d'ébullition pendant 10 min, puis laisser refroidir à la température ambiante.

5.2.5 Si l'on prévoit que la teneur en phosphore sera inférieure à 0,10 % (*m/m*), ajouter à la solution obtenue en 5.2.4, 10 ml de la solution de vanadate d'ammonium (3.12) et 15 ml de la solution II de molybdate d'ammonium (3.9), en agitant le tout. Si une teneur en phosphore supérieure à 0,10 % (*m/m*)

est prévue, diluer la solution 5.2.4 à 100 ml avec de l'eau, dans une fiole jaugée. Transvaser une partie aliquote de 20 ml dans un bécher, ajouter 8 ml de l'acide nitrique (3.1) et 8 ml de l'acide perchlorique (3.3), et diluer avec de l'eau à environ 60 ml, puis ajouter 10 ml de la solution de vanadate d'ammonium (3.12) et 15 ml de la solution II de molybdate d'ammonium (3.9), tout en agitant.

5.2.6 Après 10 min, transvaser la solution dans une ampoule à décanter. Laver le bécher avec de l'eau et ajouter l'eau de lavage à l'ampoule. Diluer avec de l'eau à un volume total d'environ 100 ml.

5.2.7 Ajouter 10 ml de la solution d'acide citrique (3.13) et extraire l'acide phosphovanadomolybdique, en agitant avec 20 ml de la méthyl-isobutyl-cétone (3.7), pendant 30 s. Après séparation des phases, soutirer la phase aqueuse dans le bécher en PTFE initial. Filtrer la couche organique sur tampon d'ouate, dans une fiole jaugée sèche de 50 ml.

5.2.8 Placer la phase aqueuse dans une ampoule à décanter et répéter l'extraction avec 20 ml de la méthyl-isobutyl-cétone. Jeter la phase aqueuse et filtrer la phase organique dans la même fiole de 50 ml qu'en 5.2.7. Laver l'ampoule à décanter avec 5 ml de la méthyl-isobutyl-cétone, filtrer dans la fiole et diluer au trait avec la méthyl-isobutyl-cétone.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

5.2.9 Mesurer l'absorbance immédiatement, à une longueur d'onde de 436 nm en utilisant le spectrophotomètre (4.2) équipé d'une cuve photométrique de 4 cm pour les teneurs en phosphore comprises entre 0,005 et 0,03 % (m/m), ou d'une cuve photométrique de 1 cm pour les teneurs comprises entre 0,03 et 0,5 % (m/m). Employer la méthyl-isobutyl-cétone dans la cuve de référence.

ISO 4741:1984
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/42653584-3f16-4eb3-a14a-462220dcc5d3/iso-4741-1984

Déterminer de la même manière la valeur à blanc des réactifs et corriger les résultats en conséquence.

5.2.10 Établir une courbe d'étalonnage. Prélever des parties aliquotes de 0 à 30 ml de la solution étalon de phosphore (3.14) et leur faire suivre le procédé complet de l'analyse, en utilisant les mêmes quantités de réactifs. La courbe d'étalonnage est assimilable à une droite et indique une absorbance d'environ 0,15 pour 50 µg de phosphore.

5.3 Cuivre et alliages de cuivre contenant du zirconium, du titane, du niobium et/ou du tantale

Si l'échantillon contient du zirconium, du titane, du niobium et/ou du tantale, le phosphore peut être totalement ou partiellement lié sous forme de phosphates insolubles. Le mode opératoire pour dissoudre ces résidus est décrit ci-dessous.

5.3.1 Dissoudre la prise d'essai selon 5.1 ou 5.2. Après avoir éliminé le F^-, le Br^- et le NO_3^- par évaporation, filtrer la solution au travers d'un filtre millipore. Laver le filtre avec de l'eau chaude jusqu'à ce qu'il soit exempt d'acide. Faire sécher le filtre et le brûler dans un petit creuset en porcelaine. Transférer le résidu dans un petit creuset en platine, le mélanger avec environ 0,3 g de carbonate de sodium et mettre en fusion. Après refroidissement, dissoudre le produit dans une petite quantité d'eau. Filtrer tout résidu insoluble et laver à l'eau chaude. Ajouter cette eau de lavage au filtrat.

5.3.2 Neutraliser le filtrat et l'eau de lavage réunis, avec de l'acide perchlorique (3.3). Ajouter cette solution neutralisée au filtrat original qui contient le cuivre. Le volume total ne doit pas dépasser 50 ml, si nécessaire, réduire le volume par évaporation.

5.3.3 Continuer ensuite comme en 5.1 ou 5.2.

5.4 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 phosphore, et de composition similaire au produit à analyser. Suivre le mode opératoire spécifié en 5.1, 5.2 ou 5.3.

6 Expression des résultats

Au moyen de la courbe d'étalonnage (5.1.9, 5.2.10) déterminer la masse, exprimée en microgrammes, du phosphore dans la prise d'essai, correspondant à l'absorbance obtenue.

La teneur en phosphore, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$\frac{m_1}{m_0 \times 10^6} \times 100$$

$$= \frac{m_1}{m_0 \times 10^4}$$

où

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai (5.1.1, 5.2.1) ou de la partie aliquote (5.1.5, 5.2.5);

m_1 est la masse, en microgrammes, du phosphore trouvée dans 50 ml de la solution d'essai (5.1.7, 5.2.8).

7 Procès-verbal d'essai

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

a) identification de l'échantillon;

b) référence de la méthode utilisée;

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) toutes les opérations non prévues dans la présente Norme internationale, ou considérées comme facultatives et qui pourraient influencer les résultats.

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4741:1984
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/42653584-3f16-4eb3-a14a-4829204d55d3/iso-4741-1984

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4741:1984
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/42653584-3f16-4eb3-a14a-4829204d55d3/iso-4741-1984

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4741:1984
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/42653584-3f16-4eb3-a14a-4829204d55d3/iso-4741-1984