
Norme internationale



4744

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

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

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

Première édition — 1984-06-01

(standards.iteh.ai)

[ISO 4744:1984](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2f5e5700-6526-4b2e-85ca-047a705aa924/iso-4744-1984>

CDU 669.3 : 543.422 : 546.76

Réf. n° : ISO 4744-1984 (F)

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

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 4744 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 26, *Cuivre et alliages de cuivre*, et a été soumise aux comités membres en décembre 1981.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée : [ISO 4744:1984](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2f5e5700-6526-4b2e-85ca-047a70389249/iso-4744-1984)

Afrique du Sud, Rép. d'	Egypte, Rép. arabe d'	Roumanie
Allemagne, R.F.	Espagne	Royaume-Uni
Australie	France	Suède
Autriche	Hongrie	Suisse
Belgique	Inde	Tchécoslovaquie
Bulgarie	Italie	Thaïlande
Canada	Japon	Turquie
Chine	Norvège	URSS
Corée, Rép. de	Pays-Bas	
Corée, Rép. dém. p. de	Pologne	

Le comité membre du pays suivant l'a désapprouvée pour des raisons techniques :

USA

Cuivre et alliages de cuivre — Dosage du chrome — 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 chrome dans les cupro-chromes ainsi que dans tous les types de cuivre avec ou sans alliage mentionnés dans les Normes internationales.

La méthode est applicable au dosage du chrome dont la teneur se situe entre 0,003 et 2,0 % (*m/m*).

2 Principe

Mise en solution de la prise d'essai par l'acide nitrique et digestion par l'acide sulfurique. Après dilution convenable, nébulisation de la solution d'essai au sein d'une flamme air-acétylène. Dosage de la teneur en chrome par mesurage spectrométrique de l'absorption de la raie 375,9 nm émise par une lampe à cathode creuse au chrome.

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 sulfurique, ρ 1,84 g/ml.

3.2 Peroxyde d'hydrogène, solution à 30 % (*m/m*).

3.3 Acide nitrique, ρ 1,2 g/ml, solution à 34 % (*m/m*) environ.

Diluer 500 ml d'acide nitrique, ρ 1,4 g/ml, avec 500 ml d'eau et homogénéiser.

3.4 Cuivre, solution de base à 20 g/l.

Introduire 20,0 g de cuivre exempt de chrome dans un bécher de 1 000 ml. Ajouter, par petites quantités, 400 ml de la solution d'acide nitrique (3.3). Couvrir le bécher. Chauffer doucement pour parfaire la dissolution, si nécessaire. Laisser refroidir et ensuite, avec précaution, ajouter 200 ml d'acide sulfurique (3.1). Chauffer jusqu'à formation intense de fumées blanches et laisser continuer pendant 5 min. Faire refroidir et puis, avec grande précaution, ajouter 200 ml d'eau. Faire chauffer afin de compléter la dissolution. Transférer quantitativement la solu-

tion refroidie dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Diluer au volume et homogénéiser.

50 ml de cette solution contiennent 1,0 g de cuivre.

45 ml de cette solution contiennent 0,9 g de cuivre.

3.5 Chrome, solution étalon correspondant à 0,5 g de Cr par litre.

Peser, à 0,000 1 g près, 1,414 2 g de bichromate de potassium ($K_2Cr_2O_7$) préalablement séché à 140 °C et refroidi dans un dessiccateur. Introduire dans un bécher de 400 ml et dissoudre dans environ 20 ml d'eau. Ajouter 5 ml d'acide sulfurique (3.1) et, pendant que la solution refroidit, ajouter avec précaution de la solution de peroxyde d'hydrogène (3.2) jusqu'à cessation de l'effervescence; ajouter ensuite 2 ml en excès. Laisser reposer la solution à la température ambiante jusqu'à disparition complète de la couleur jaune, ce qui en général prend plusieurs heures. Transvaser ensuite dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Diluer au trait de jauge et homogénéiser.

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

3.6 Chrome, solution étalon correspondant à 0,025 g de Cr par litre.

Transvaser 25,0 ml de la solution étalon de chrome (3.5) dans une fiole jaugée de 500 ml. Diluer au trait de jauge et homogénéiser.

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

4 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

4.1 Burette, graduée en intervalles de 0,05 ml.

4.2 Spectromètre d'absorption atomique, muni d'un brûleur air-acétylène.

4.3 Lampe à cathode creuse au chrome.

4.4 Réserve d'air comprimé.

4.5 Bouteille d'acétylène.

5 Échantillonnage¹⁾

L'échantillon doit être de préférence sous forme de fins copeaux ou de tournures obtenus par fraisage ou perçage et ne dépassant pas une épaisseur de 0,5 mm.

6 Mode opératoire

6.1 Prise d'essai

Peser, à 0,002 g près, environ 1 g de l'échantillon à analyser (chapitre 5).

6.2 Établissement de la courbe d'étalonnage

6.2.1 Préparation des solutions témoins

Utiliser une burette (4.1) pour introduire, dans chacune d'une série de neuf fioles jaugées de 100 ml, les volumes des solutions étalons de chrome (3.5 et 3.6) tel qu'indiqué dans le tableau. Ajouter 50 ml de la solution de base cuivre (3.4) dans chaque fiole. Diluer au trait de jauge et homogénéiser.

6.2.2 Réglage de l'appareil

Équiper l'appareil (4.2) de la lampe à cathode creuse au chrome (4.3), mettre sous tension et laisser se stabiliser. Ajuster le courant d'alimentation de la lampe, ainsi que la sensibilité et l'ouverture de la fente, suivant les caractéristiques de l'appareil. Régler la longueur d'onde aux environs de 357,9 nm au minimum d'absorbance. Régler la pression de l'air et de l'acétylène selon les caractéristiques du pulvérisateur-brûleur.

6.2.3 Mesurages spectrométriques

Nébuliser successivement au sein de la flamme la série de solutions témoins (6.2.1) qui conviennent et mesurer l'absorbance de chacune d'elles. Avoir soin de maintenir constant le débit de solution pulvérisée pendant la durée de l'exécution de la courbe d'étalonnage. Faire passer de l'eau à travers le brûleur après chaque mesurage.

6.2.4 Tracé de la courbe

Tracer un graphique en portant, par exemple, sur l'axe des abscisses, les masses de chrome, exprimées en milligrammes, présentes dans 100 ml de solution témoin. Sur l'axe des ordonnées, inscrire les valeurs correspondantes des absorbances mesurées, diminuées de la valeur mesurée sur la solution de l'essai à blanc des réactifs pour l'étalonnage (6.2.1-terme 0).

NOTES

1 La gamme de ces solutions témoins est adaptée au rendement des modèles d'appareils les plus courants. Le choix de la gamme et des conditions d'étalonnage doit être fait en vue d'obtenir les mesures optimales au moyen de l'appareillage utilisé.

2 La présence de cuivre et d'acide d'attaque dans les solutions témoins supprime tout effet d'interaction chimique dû aux autres éléments entrant dans la composition de l'échantillon.

6.3 Dosage

6.3.1 Préparation de la solution d'essai

6.3.1.1 Introduire la prise d'essai (6.1) dans un bécher de 250 ml. Ajouter 20 ml de la solution d'acide nitrique (3.3), couvrir et chauffer doucement jusqu'à dissolution complète. Laisser refroidir et, avec précaution, ajouter 20 ml d'acide sulfurique (3.1). Chauffer jusqu'à évolution intense de fumées blanches. Laisser chauffer pendant 5 min en faisant tourner la solution si nécessaire. Faire refroidir, ajouter de 20 à 30 ml d'eau et chauffer afin de dissoudre les sels.

6.3.1.2 Dans le cas de teneurs en chrome situées entre 0,003 et 0,20 % (m/m), transvaser la solution d'essai (6.3.1) dans une fiole jaugée de 100 ml. Compléter au volume et homogénéiser.

6.3.1.3 Dans le cas de teneurs en chrome situées entre 0,20 et 2 % (m/m), transvaser la solution d'essai (6.3.1) dans une fiole jaugée de 100 ml. Compléter au volume et homogénéiser. Prélever 10,0 ml de la solution précédente dans une autre fiole jaugée de 100 ml. Ajouter 45 ml de la solution de base de cuivre (3.4). Compléter au volume et homogénéiser.

Tableau

Solution étalon de chrome		Masse de chrome correspondante	Teneur en chrome correspondante de la prise d'essai	
(3.6)	(3.5)		1 g/100 ml (6.4.1.1)	0,1 g/100 ml (6.4.1.2)
ml	ml	mg	% (m/m)	% (m/m)
0*	—	0	0	0
1	—	0,025	0,002 5	
2	—	0,05	0,005	
4	—	0,10	0,010	
8	—	0,20	0,020	0,20
20	—	0,50	0,050	0,50
—	2	1,0	0,10	1,0
—	3	1,5	0,15	1,5
—	4	2,0	0,20	2,0

* Essai à blanc des réactifs pour l'étalonnage.

1) Une Norme internationale traitant de l'échantillonnage du cuivre et des alliages de cuivre, est en préparation.

6.3.2 Mesurages spectrométriques

6.3.2.1 Mesurage préliminaire

Effectuer un mesurage préliminaire sur la solution d'essai (6.3.1) suivant les modalités spécifiées en 6.2.3, en même temps que s'effectuent les mesurages spectrométriques sur les solutions témoins (6.2.1).

Calculer, à partir de la courbe d'étalonnage (6.2.4), la concentration approximative en chrome dans 100 ml de la solution d'essai (6.3.1).

6.3.2.2 Mesurage par encadrement

Effectuer un deuxième mesurage sur la solution d'essai (6.3.1) suivant les modalités spécifiées en 6.2.3, par encadrement entre deux solutions témoins de composition semblable à celle des solutions témoins (6.2.1), mais ayant des teneurs en chrome qui diffèrent de ces dernières par une concentration, d'une part, supérieure, et de l'autre, inférieure.

Pour la préparation de ces solutions témoins, suivre les modalités spécifiées en 6.2.1 en utilisant toutefois des quantités appropriées de la solution étalon de chrome (3.5 ou 3.6).

6.4 Essai à blanc

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

c_2 est la concentration, en milligrammes par 100 ml, de la solution témoin de concentration supérieure utilisée pour le mesurage par encadrement (6.3.2.2);

A_0 est la valeur de l'absorbance correspondant à la solution d'essai (6.3.1);

A_1 est la valeur de l'absorbance correspondant à la concentration c_1 ;

A_2 est la valeur de l'absorbance correspondant à la concentration c_2 .

7.2 Teneur en chrome de l'échantillon

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

$$\frac{c - c_1}{10 m} \times r$$

où

c est la concentration en chrome, exprimée en milligrammes par 100 ml, de la solution d'essai (6.3.1), obtenue conformément à 7.1;

c_1 est la concentration en chrome, exprimée en milligrammes par 100 ml, de la solution d'essai à blanc (6.4);

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai (6.1);

r est le rapport du volume de la solution d'essai (6.3.1) à celui des solutions témoins (6.2.1).

7 Expression des résultats

7.1 Concentration de la solution d'essai

La concentration, c , en chrome, exprimée en milligrammes de chrome par 100 ml de la solution d'essai, est donnée par la formule

$$c_1 + (c_2 - c_1) \frac{A_0 - A_1}{A_2 - A_1}$$

où

c_1 est la concentration, en milligrammes par 100 ml, de la solution témoin de concentration inférieure utilisée pour le mesurage par encadrement (6.3.2.2);

8 Procès-verbal d'essai

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

- une identification de l'échantillon;
- la référence à la méthode utilisée;
- les résultats, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;
- le compte rendu de tous les détails particuliers éventuels relevés au cours de l'essai;
- le compte rendu de toute opération non prévue dans la présente Norme internationale ou considérée comme facultative.

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4744:1984

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2f5e5700-6526-4b2e-85ca-047a705aa924/iso-4744-1984>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4744:1984

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2f5e5700-6526-4b2e-85ca-047a705aa924/iso-4744-1984>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 4744:1984](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2f5e5700-6526-4b2e-85ca-047a705aa924/iso-4744-1984>