Norme internationale ISO 4749

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

Alliages de cuivre — Dosage du plomb — Méthode par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme

Copper alloys — Determination of lead content — Flame atomic absorption spectrometric method

Première édition — 1984-03-15

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4749:1984
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ab719778-797c-4a18-81a7-0f7b671d45d2/iso-4749-1984

CDU 669.35 : 543.422 : 546.815 **Réf. nº : ISO 4749-1984 (F)**

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

ISO 4749-1984 (F)

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 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 4749 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 26, *Cuivre et alliages de cuivre*, et a été soumise aux comités membres en janvier 1982.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

ISO 4749:1984
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ab719778-797c-4a18-81a7-0f7b67f04982/iso-4749-1984

Allemagne, R. F.	Égypte, Rép. arabe d'	Pologne
Australie	Espagne	Roumanie
Autriche	Finlande	Suède
Belgique	France	Suisse
Brésil	Hongrie	Tchécoslovaquie
Bulgarie	Italie	Thaïlande
Canada	Japon	Turquie
Chine	Mexique	USA
Corée, Rép. d'	Norvège	
Corée, Rép. dém. p. de	Pays-Bas	

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

Afrique du Sud, Rép. d'
Chili

© Organisation internationale de normalisation, 1984 ●

Imprimé en Suisse

Alliages de cuivre — Dosage du plomb — Méthode par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 4749:1984
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4a7b7b7b-7b7b-4b7b-8b7b-7b7b7b7b7b7b/iso-4749-1984

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 plomb dans tous les types d'alliages de cuivre mentionnés dans la Normes internationales.

La méthode est applicable au dosage du plomb présent soit comme élément d'alliage, soit comme impureté, et dont la teneur se situe entre 0,01 et 5,0 % (m/m). La limite inférieure peut être étendue à 0,002 % (m/m) par une modification appropriée du poids de l'échantillon.

2 Principe

Mise en solution de la prise d'essai par un mélange acide nitrofluoroborique. Nébulisation de la solution d'essai au sein d'une flamme air-acétylène. Dosage de la teneur en plomb par mesurage spectrométrique de l'absorption de la raie 217,0 nm, émise par une lampe à cathode creuse au plomb.

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 nitrofluoroborique, réactif d'attaque.

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

3.2 Acide nitrique, 1 + 1.

Diluer 100 ml d'acide nitrique, ϱ 1,40 g/ml, avec 100 ml d'eau.

3.3 Cuivre, solution de base, 20 g/l.

Introduire 10,0 g de cuivre exempt de plomb (< 0,000 2 % Pb) dans un bécher de 600 ml en polytétrafluoréthylène, en polyéthylène ou en polypropylène basse pression. Ajouter 400 ml de réactif d'attaque (3.1). Chauffer doucement jusqu'à dissolution complète du cuivre, puis faire bouillir jusqu'à élimination totale des vapeurs nitreuses. Dans le cas de béchers en polyéthylène ou en polypropylène, utiliser un bain-marie pour le chauffage. Laisser refroidir et transvaser la solution dans une fiole jaugée de 500 ml. Compléter au volume et homogénéiser.

50 ml de cette solution contiennent 1 g de cuivre et 40 ml du mélange acide nitrofluoroborique.

3.4 Plomb, solution étalon correspondant à 1,0 g de Pb par litre.

Peser, à 0,001 g près, 1,000 g de plomb (pureté 99,9 % minimum). Introduire dans un bécher de 250 ml. Ajouter 20 ml de la solution d'acide nitrique (3.2), couvrir et chauffer doucement jusqu'à dissolution complète du plomb. Faire bouillir pendant quelques minutes pour éliminer les vapeurs nitreuses. Laisser refroidir et transvaser cette solution dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution contient 0,001 g de Pb.

3.5 Plomb, solution étalon correspondant à 0,1 g de Pb par litre.

Prélever à la pipette 25,0 ml de la solution étalon de plomb (3.4) et les introduire dans une fiole jaugée de 250 ml. Diluer au trait de jauge et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 0,1 mg de Pb.

4 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

4.1 Béchers, en polytétrafluoréthylène, ou en polyéthylène ou en polypropylène, de capacités de 250 et 600 ml.

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

4.3 Lampe à cathode creuse au plomb.

4.4 Réserve d'air comprimé.

4.5 Acétylène en bouteille.

5 Échantillonnage[1)]

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

5.1 Échantillon pour analyse

L'échantillon doit être de préférence sous forme de fins copeaux ou tournures obtenus par fraisage ou perçage et ne dépassant pas une épaisseur de 0,3 mm.

ISO 4749:1984
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ab719778-97c-4a18-8a7-0f7b671d45d2/iso-4749-1984

6 Mode opératoire

6.1 Prise d'essai

Peser, à 0,001 g près, environ 1 g de l'échantillon pour analyse (5.1).

6.2 Établissement de la courbe d'étalonnage

Établir une courbe d'étalonnage chaque fois qu'une série d'échantillons doit être analysée.

6.2.1 Préparation des solutions témoins

Dans une série de huit fioles jaugées de 100 ml, introduire les quantités de solution étalon de plomb (3.5) et de solution de base de cuivre (3.3), telles qu'indiquées dans les tableaux 1, 2 ou 3, selon la teneur en plomb présumée. Diluer au trait de jauge et homogénéiser.

Tableau 1 — Teneurs en plomb inférieures à 0,2 % (*m/m*)

Solution étalon de plomb (3.5) ml	Masse de plomb présente dans la solution étalon mg	Solution de base de cuivre (3.3) ml	Masse de cuivre présente dans la solution de base g	Teneur en plomb correspondante de l'échantillon %
0*	0	50	1	0
1	0,1	50	1	0,01
2	0,2	50	1	0,02
5	0,5	50	1	0,05
7	0,7	50	1	0,07
10	1,0	50	1	0,10
15	1,5	50	1	0,15
20	2,0	50	1	0,20

* Essai à blanc des réactifs pour l'étalonnage.

Tableau 2 — Teneurs en plomb comprises entre 0,1 et 1 % (*m/m*)

Solution étalon de plomb (3.5) ml	Masse de plomb présente dans la solution étalon mg	Solution de base de cuivre (3.3) ml	Masse de cuivre présente dans la solution de base g	Teneur en plomb correspondante de l'échantillon %
0*	0	10	0,2	0
1	0,1	10	0,2	0,05
2	0,2	10	0,2	0,10
5	0,5	10	0,2	0,25
7	0,7	10	0,2	0,35
10	1,0	10	0,2	0,50
15	1,5	10	0,2	0,75
20	2,0	10	0,2	1,00

* Essai à blanc des réactifs pour l'étalonnage.

Tableau 3 — Teneurs en plomb comprises entre 0,5 et 5 % (*m/m*)

Solution étalon de plomb (3.5) ml	Masse de plomb présente dans la solution étalon mg	Solution de base de cuivre (3.3) ml	Masse de cuivre présente dans la solution de base g	Teneur en plomb correspondante de l'échantillon %
0*	0	2	0,04	0
1	0,1	2	0,04	0,25
2	0,2	2	0,04	0,50
5	0,5	2	0,04	1,25
7	0,7	2	0,04	1,75
10	1,0	2	0,04	2,5
15	1,5	2	0,04	3,75
20	2,0	2	0,04	5,00

* Essai à blanc des réactifs pour l'étalonnage.

1) Une Norme internationale (ISO 1811) traitant de l'échantillonnage des alliages de cuivre est en préparation.

NOTES

1 La gamme de ces solutions témoins est adaptée au rendement des modèles d'appareils les plus courants. Le choix de la gamme d'étalonnage et des meilleures conditions 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.

3 La longueur d'onde de la radiation de résonance du plomb la plus sensible est de 217,0 nm. Elle sera donc choisie, de préférence, pour le dosage des teneurs en plomb inférieures à 20 µg Pb par millilitre. La longueur d'onde de 283,3 nm, moins sensible, convient mieux aux concentrations en plomb comprises entre 20 et 60 µg par millilitre.

6.2.2 Réglage de l'appareil

Équiper l'appareil (4.2) de la lampe à cathode creuse au plomb (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, suivre les caractéristiques de l'appareil. Régler la longueur d'onde aux environs de 217,0 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

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

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.

ISO 4749:1984
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ab719778-797c-4a18-81a7-0f7b671d45d2/iso-4749-1984

6.2.4 Tracé de la courbe

Tracer un graphique en portant, par exemple, sur l'axe des abscisses, les masses de plomb, 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).

6.3 Dosage

6.3.1 Préparation de la solution d'essai

Introduire la prise d'essai (6.1) dans un bécher en polytétrafluoréthylène, en polyéthylène ou en polypropylène d'une capacité de 250 ml (4.1). Ajouter 40 ml du réactif d'attaque (3.1). Couvrir et faire chauffer doucement jusqu'à dissolution complète. Porter ensuite à une température d'environ 90 °C jusqu'à disparition complète des vapeurs nitreuses. Dans le cas de béchers en polyéthylène ou en polypropylène, utiliser un bain-marie pour le chauffage. Rincer le verre de montre et les parois du bécher et laisser refroidir. Transvaser la solution dans une fiole jaugée de 100 ml. Diluer au trait de jauge et homogénéiser.

Prélever une partie aliquote de la solution d'essai suivant la teneur en plomb présumée et préparer une dilution dans une fiole jaugée, comme indiqué au tableau 4.

Tableau 4 — Dilution

Teneur en plomb % (*m*/*m*)	Partie aliquote de la solution d'essai (6.3.1) ml	Volume final de la solution diluée ml	Rapport de dilution r_D
0,01 à 0,2	totalité de de l'échantillon	—	1
0,1 à 1,0	20,0	100	5
0,5 à 5,0	20,0	500	25

NOTES

1 Si la prise d'essai ne contient pas de silicium, on peut la dissoudre par un mélange d'acides chlorhydrique et nitrique. Pour 1 g d'échantillon, ajouter 5 ml d'acide chlorhydrique, ϱ 1,19 g/ml, et 10 ml d'acide nitrique, ϱ 1,40 g/ml, dilué 1 + 1. La solution de base de cuivre (3.3) doit être préparée avec ce même mélange acide, dans les mêmes proportions, afin de produire les solutions témoins correspondantes.

2 La méthode peut être étendue au dosage des teneurs en plomb comprises entre 0,002 % (*m*/*m*) et 0,01 % (*m*/*m*), en utilisant 5 g de prise d'essai pour une solution plus concentrée. Dans tous les cas, il est nécessaire d'avoir les mêmes quantités de cuivre et d'acide présentes dans les solutions témoins comme dans les solutions d'essai.

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 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 plomb 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 plomb qui diffèrent de ces dernières par une concentration, d'une part, supérieure, et de l'autre part, 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 plomb (3.5).

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.

7 Expression des résultats

7.1 Concentration de la solution d'essai

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

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

où

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

c_2 est la concentration, en milligrammes de plomb 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 de l'échantillon

La teneur en plomb de l'échantillon, exprimée en pourcentage par masse, est donnée par la formule

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

où

c est la concentration, exprimée en milligrammes de plomb par 100 ml, de la solution d'essai, calculée conformément à 7.1;

c_1 est la concentration, exprimée en milligrammes de plomb par 100 ml, de la solution de l'essai à blanc des réactifs (6.4);

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

r_D est le rapport de dilution (voir tableau 4).

8 Procès-verbal d'essai

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

a) toute identification de l'échantillon;

b) la référence à la méthode utilisée;

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

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

e) le compte rendu de toute opération non prévue dans la présente Norme internationale ou considérée comme facultative.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 4749:1984
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a5e0f5f8-7f9f-4a19-8ca7-01f8b81d45d2/iso-4749-1984

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4749:1984
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ab719778-797c-4a18-81a7-0f7b671d45d2/iso-4749-1984

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4749:1984
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ab719778-797c-4a18-81a7-0f7b671d45d2/iso-4749-1984