
Norme internationale



4751

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

Cuivre et alliages de cuivre — Dosage de l'étain — Méthode spectrométrique

Copper and copper alloys — Determination of tin content — Spectrometric method

Première édition — 1984-08-01

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 4751:1984](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7273fe20-8ee1-4b0c-981a-1b9c1962696c/iso-4751-1984>

CDU 669.3 : 543.42 : 546.811

Réf. n° : ISO 4751-1984 (F)

Descripteurs : cuivre, alliage de cuivre, analyse chimique, dosage, étain, méthode spectrophotométrique.

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 4751 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.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

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

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

Australie
France
USA

Cuivre et alliages de cuivre – Dosage de l'étain – Méthode spectrométrique

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode spectrométrique de dosage de l'étain dans le cuivre et les alliages de cuivre.

La méthode est applicable au dosage de l'étain dont les teneurs sont comprises entre 0,005 et 0,5 % (*m/m*) dans tous les types de cuivre et d'alliages de cuivre énumérés dans les Normes internationales.

Une méthode applicable au dosage de l'étain dont la teneur est inférieure à 0,005 % (*m/m*) est en préparation.

2 Principe

Extraction par la méthyl-isobutyl-cétone, et dosage, par spectrométrie, du complexe étain-quercétine de couleur jaune.

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 chlorhydrique, ρ 1,19 g/ml.

3.2 Méthyl-isobutyl-cétone.

3.3 Ammoniaque, solution ρ 0,91 g/ml.

3.4 Peroxyde d'hydrogène, 30 % (*m/m*).

3.5 Acide chlorhydrique, solution, diluée 1 + 1.

Diluer 50 ml de l'acide chlorhydrique (3.1) avec 50 ml d'eau.

3.6 Acide sulfurique, solution, diluée 1 + 19.

Diluer 50 ml d'acide sulfurique, ρ 1,84 g/ml, à un volume de 1 000 ml avec de l'eau.

3.7 Thio-urée, solution, 60 g/l.

Dissoudre 15 g de thio-urée (NH_2CSNH_2) dans de l'eau et diluer à 250 ml.

3.8 Acide ascorbique, solution, 20 g/l.

Dissoudre 1 g d'acide ascorbique dans de l'eau et diluer à 50 ml.

Utiliser une solution fraîchement préparée.

3.9 Quercétine, solution, 1 g/l de solution acide dans de l'éthanol.

Dissoudre 500 mg de quercétine avec 300 ml d'éthanol 95 % (*V/V*) dans une fiole jaugée de 500 ml. La dissolution prend quelques heures. Ajouter 25 ml de l'acide chlorhydrique (3.1), diluer au trait avec le même éthanol, et homogénéiser. Séparer par filtration tout résidu.

3.10 Étain, solution étalon correspondant à 0,5 g de Sn par litre.

Dissoudre 500 mg d'étain pur dans 100 ml de l'acide chlorhydrique (3.1) dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Refroidir, diluer au trait avec de l'eau et homogénéiser.

1 ml de cette solution mère contient 0,5 mg de Sn.

3.11 Étain, solution étalon correspondant à 0,050 g de Sn par litre.

Transvaser 10,0 ml de la solution étalon d'étain (3.10) dans une fiole jaugée de 100 ml. Ajouter 20 ml de l'acide chlorhydrique (3.1). Diluer au trait avec de l'eau et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 50 µg de Sn.

3.12 Cuivre, solution de base à 5 g/l.

Dissoudre 5,0 g de cuivre électrolytique (exempt d'étain) dans 100 ml d'acide chlorhydrique (3.1). Ajouter du peroxyde d'hydrogène (3.4) par portions de 5 ml jusqu'à dissolution complète du cuivre. Ajouter ensuite 200 ml d'eau et faire bouillir afin de détruire le peroxyde d'hydrogène en excès. Laisser refroidir et transvaser dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Diluer au trait de jauge avec de l'eau et homogénéiser.

4 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

4.1 Spectromètre.

5 Mode opératoire

5.1 En tenant compte de la teneur présumée en étain dans l'échantillon, peser, à 0,001 g près, une prise d'essai selon le tableau. Placer la prise d'essai dans une fiole conique de 250 ml.

Tableau

Teneur présumée en étain dans l'échantillon % (m/m)	Masse de la prise d'essai g	Prédilution	
		Partie aliquote utilisée ml	Dilution ml
0,005 à 0,010	2	Pas de prédilution	
0,01 à 0,02	1	Pas de prédilution	
0,02 à 0,04	1	100	200
0,04 à 0,08	1	50	200
0,08 à 0,16	1	25	200
0,16 à 0,30	0,5	25	200
0,30 à 0,50	0,4	20	200

5.2 Sous un jet d'eau froide, attaquer la prise d'essai avec 20 ml de l'acide chlorhydrique (3.5) et 10 ml du peroxyde d'hydrogène (3.4), en petites quantités. Afin d'éviter une perte de chlorure d'étain, il faut dissoudre la prise d'essai lentement.

Compléter la dissolution en chauffant doucement. Ajouter 10 ml d'eau et faire bouillir pour éliminer l'excès de peroxyde d'hydrogène. Transvaser la solution d'essai dans une fiole jaugée de 200 ml.

5.3 Si, selon le tableau, aucune prédilution n'est nécessaire, procéder comme indiqué en 5.4. Si une prédilution doit avoir lieu, diluer à 200 ml avec de l'eau et homogénéiser. Introduire l'aliquote prescrite dans une fiole jaugée de 200 ml.

5.4 Neutraliser avec de l'ammoniaque (3.3) juste au point où apparaît et subsiste un précipité. Dissoudre le précipité avec de l'acide chlorhydrique (3.1), ajouté goutte à goutte. Ajouter 20 ml d'eau et 30,0 ml de l'acide chlorhydrique. Refroidir, diluer au trait avec de l'eau et homogénéiser.

5.5 Introduire successivement, dans une ampoule à décanter de 125 ml, les réactifs suivants:

- 25 ml de la solution de thio-urée (3.7);
- 5 ml de la solution d'acide ascorbique (3.8);
- 10,0 ml de la solution de quercétine (3.9); mélanger;
- 10,0 ml de la solution d'échantillon, en mélangeant;
- 20,0 ml de la méthyl-isobutyl-cétone (3.2).

5.6 Agiter pendant 1 min et laisser les couches se séparer pendant 3 min. Rejeter la couche aqueuse. Ajouter 5 ml de l'acide sulfurique (3.6) sans mélanger. Soutirer la phase acide et ajouter 20 ml de l'acide sulfurique. Agiter pendant 30 s, mais pas trop vigoureusement, les phases ensemble, ce qui prolongerait la durée de la séparation. Après 3 min, soutirer et jeter la phase acide, ainsi qu'une petite quantité de la phase organique. Transvaser le reste de la phase organique en la filtrant sur un petit papier filtre rapide dans une fiole bien sèche et bouchée. Après 10 min, mesurer l'absorbance de la solution en utilisant le spectromètre (4.1) équipé d'une cuve de 20 mm, en comparant à la méthyl-isobutyl-cétone à une longueur d'onde de 440 nm.

5.7 Effectuer un essai à blanc selon le même mode opératoire, et corriger les résultats en conséquence. Employer la même masse de cuivre électrolytique, exempt d'étain, que celle de la prise d'essai.

5.8 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 d'étain et de composition similaire au produit à analyser. Suivre le mode opératoire spécifié en 5.1 à 5.7.

6 Établissement de la courbe d'étalonnage

Introduire 50 ml de la solution de base de cuivre (3.12) dans chacune d'une série de sept fioles jaugées de 200 ml. Ajouter des quantités croissantes de la solution étalon d'étain (3.11) à chaque fiole, soit 0 — 0,5 — 1,0 — 2,0 — 3,0 — 4,0 — 5,0 ml, correspondant à 0 — 25 — 50 — 150 — 200 — 250 µg d'étain. Procéder comme indiqué en 5.4, 5.5 et 5.6. Établir la courbe d'étalonnage à partir des valeurs mesurées, et après correction des résultats en tenant compte de l'essai à blanc.

7 Expression des résultats

Déduire, de la courbe d'étalonnage, la masse d'étain, en microgrammes, correspondant à la valeur d'absorbance mesurée (après correction en tenant compte de l'essai à blanc) et calculer la teneur en étain de l'échantillon, en pourcentage en masse, selon l'une des formules suivantes :

— sans prédilution :

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

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

— avec prédilution :

$$\frac{m_1 \times 10^{-6} \times 200}{m_0 \times V} \times 100$$

$$= \frac{m_1 \times 2 \times 10^{-2}}{m_0 \times V}$$

où

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai (5.1);

m_1 est la masse, en microgrammes, d'étain trouvée dans la solution d'essai;

200 est le volume dilué, en millilitres, de la partie aliquote prélevée pour le dosage (5.1);

V est le volume, en millilitres, de la partie aliquote prélevée pour le dosage (5.1).

8 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.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 4751:1984](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7273fe20-8ee1-4b0c-981a-1b9c1962696c/iso-4751-1984)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7273fe20-8ee1-4b0c-981a-1b9c1962696c/iso-4751-1984>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4751:1984

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7273fe20-8ee1-4b0c-981a-1b9c1962696c/iso-4751-1984>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4751:1984

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7273fe20-8ee1-4b0c-981a-1b9c1962696c/iso-4751-1984>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4751:1984

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7273fe20-8ee1-4b0c-981a-1b9c1962696c/iso-4751-1984>