
Norme internationale



5956

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

Cuivre et alliages de cuivre — Dosage de l'antimoine — Méthode spectrométrique à la rhodamine B

Copper and copper alloys — Determination of antimony content — Rhodamine B spectrometric method

Première édition — 1984-04-15

ITh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 5956:1984](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b6cc393a-d11a-4634-9614-9cadf6d5cf53/iso-5956-1984)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b6cc393a-d11a-4634-9614-9cadf6d5cf53/iso-5956-1984>

CDU 669.3 : 543.42 : 546.86

Réf. n° : ISO 5956-1984 (F)

Descripteurs : cuivre, alliage de cuivre, analyse chimique, dosage, antimoine, méthode spectrométrique.

Prix basé sur 2 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.

La Norme internationale ISO 5956 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 :

[ISO 5956:1984](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b6cc393a-d11a-4634-9614-9cad76c31710/iso-5956-1984)

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

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

Australie
Chili

Cuivre et alliages de cuivre — Dosage de l'antimoine — Méthode spectrométrique à la rhodamine B

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode spectrométrique à la rhodamine B pour le dosage de l'antimoine dans le cuivre et les alliages de cuivre.

La méthode est applicable au dosage de l'antimoine dont les teneurs sont comprises entre 0,001 et 0,1 % (*m/m*) dans tous les types de cuivre et d'alliages de cuivre répertoriés dans les Normes internationales. Le domaine d'application peut être étendu par une modification appropriée de la masse de la prise d'essai, du volume d'extraction et du parcours optique de la cuve. Les propositions concernant les basses et hautes teneurs en antimoine sont en cours d'élaboration.

2 Principe

Extraction de l'antimoine pentavalent par l'éther isopropylique et dosage par spectrométrie du complexe chloro-antimonate-rhodamine B.

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 Éther isopropylique.

3.2 Acide chlorhydrique, ρ 1,19 g/ml.

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

3.4 Acide chlorhydrique, dilué 7 + 3.

Mélanger 700 ml d'acide chlorhydrique (3.2) avec 300 ml d'eau.

3.5 Sulfate de cérium(IV), solution.

Dissoudre 4 g de sulfate de cérium(IV) tétrahydraté $[\text{Ce}(\text{SO}_4)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ et diluer à 100 ml avec une solution d'acide sulfurique à 0,5 mol/l.

3.6 Chlorure d'hydroxylammonium, solution.

Dissoudre 1 g de chlorure d'hydroxylammonium ($\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$) dans de l'eau et diluer à 100 ml.

Utiliser uniquement une solution fraîchement préparée.

3.7 Acide chlorhydrique, solution à 1 mol/l.

Diluer 83 ml d'acide chlorhydrique (3.2) à 1 000 ml avec de l'eau.

3.8 Rhodamine B, solution.

Dissoudre 0,01 g de rhodamine B et diluer à 100 ml avec la solution d'acide chlorhydrique (3.7).

Filtrer la solution avant de s'en servir.

3.9 Antimoine, solution étalon correspondant à 1,000 g de Sb par litre.

Dissoudre 0,274 3 g de tartrate d'antimoine et de potassium hémihydraté $[\text{K}(\text{SbO})\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 0,5\text{H}_2\text{O}]$ et étendre au volume avec la solution d'acide chlorhydrique (3.4) dans une fiole jaugée de 100 ml.

1 ml de cette solution étalon contient 1,000 mg de Sb.

3.10 Antimoine, solution étalon correspondant à 100 mg de Sb par litre.

Diluer 10 ml de la solution étalon d'antimoine (3.9) à 100 ml avec de la solution d'acide chlorhydrique (3.4) dans une fiole jaugée.

1 ml de cette solution étalon contient 100 μg de Sb.

4 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

4.1 Boîte frigorifique.

4.2 Spectromètre.

5 Mode opératoire

5.1 En tenant compte de la teneur présumée en antimoine de l'échantillon, peser une prise d'essai selon le tableau et l'introduire dans une fiole conique de 250 ml.

Tableau

| Teneur en antimoine de l'échantillon | Masse de la prise d'essai, m_0 | Volume d'acide chlorhydrique (3.2), V_1 | Volume de la solution d'essai à prélever, V_0 |
|--------------------------------------|----------------------------------|---|---|
| % (m/m) | g | ml | ml |
| 0,001 à 0,004 | 2 | 10 | 5 |
| 0,005 à 0,02 | 1 | 15 | 2 |
| 0,03 à 0,1 | 0,5 | 15 | 1 |

5.2 Dissoudre la prise d'essai dans 15 ml de la solution d'acide chlorhydrique (3.4) et ajouter 5 à 10 ml de la solution de peroxyde d'hydrogène (3.3) en plusieurs petites quantités. Refroidir jusqu'à ce que la violence de la réaction ait diminué. Après dissolution complète de l'échantillon, porter la solution à l'ébullition et l'y maintenir durant plusieurs minutes afin de décomposer l'excès de peroxyde d'hydrogène. Refroidir à la température ambiante. Transvaser la solution d'essai dans une fiole jaugée de 200 ml. Diluer au trait repère avec de la solution d'acide chlorhydrique (3.4) et homogénéiser.

5.3 Selon le tableau, transvaser, dans une ampoule à décanter, V_1 ml d'acide chlorhydrique (3.2) préalablement refroidi à 5 °C au plus dans la boîte frigorifique (4.1) et V_0 ml de la solution d'essai.

5.4 Effectuer les opérations suivantes sans interruption.

Ajouter 6 gouttes de la solution de sulfate de cérium(IV) (3.5) et mélanger. Après 2 min, ajouter 3 gouttes de la solution de chlorure d'hydroxylammonium (3.6) et mélanger de nouveau. Ajouter 10 ml d'éther isopropylique (3.1) à une température maximale de 20 °C. Agiter vigoureusement durant 30 s. Ajouter 75 ml d'eau préalablement refroidie à 5 °C au plus et agiter durant 15 s. Laisser reposer durant 5 min.

Rejeter la phase aqueuse et laver la phase organique par deux fois avec 3 ml de la solution d'acide chlorhydrique (3.7) chaque fois. Ajouter 20 ml de la solution de rhodamine B (3.8), agiter durant 30 s et laisser reposer durant 2 min. Soutirer la phase aqueuse, ainsi qu'une petite quantité de la phase organique. Recueillir le reste de la phase organique dans un petit flacon bouché et bien sec. Faire tourner le flacon afin d'amasser les gouttelettes d'eau de lavage au fond. Transvaser la phase organique dans une cuve de 1 cm et mesurer immédiatement l'absorbance par rapport à de l'eau, à une longueur d'onde de 550 nm.

5.5 Effectuer l'essai à blanc de tous les réactifs en suivant les mêmes étapes et conditions que celles de l'analyse. Corriger les résultats mesurés en tenant compte de l'essai à blanc.

5.6 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'antimoine et de composition similaire au produit à analyser. Suivre le mode opératoire spécifié en 5.1 à 5.5.

5.7 Établissement de la courbe d'étalonnage

Dans un nombre déterminé de fioles coniques de 250 ml, déposer 1 g de cuivre pur exempt d'antimoine et de 0 à 6 ml de la solution étalon d'antimoine (3.10). Traiter ces échantillons selon 5.2. En utilisant 15 ml de l'acide chlorhydrique (3.2) et 1 ml des solutions témoins, opérer selon 5.3 et 5.4. Les solutions ainsi préparées pour les mesurages spectrométriques contiendront de 0 à 6 µg de Sb.

6 Expression des résultats

Calculer la teneur en antimoine, en pourcentage en masse, à l'aide de la formule

$$\frac{m_1 \times 100}{V_0 \times m_0 \times 10^6} \times 100 = \frac{m_1}{V_0 \times m_0 \times 100}$$

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

m_1 est la masse, en microgrammes, d'antimoine déterminée dans le volume V_0 ;

V_0 est le volume, en millilitres, de la solution d'essai prélevé (voir 5.3).

7 Procès-verbal d'essai

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

- identification de l'échantillon;
- référence de la méthode utilisée;
- résultats, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;
- compte rendu de tous détails particuliers éventuels relevés au cours de l'essai;
- toutes les opérations non prévues dans la présente Norme internationale, ou considérées comme facultatives et qui auraient pu influencer les résultats.