

---

# Norme internationale



# 5960

---

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

---

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

*Copper alloys — Determination of cadmium content — Flame atomic absorption spectrometric method*

Première édition — 1984-05-15

ITEH STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

[ISO 5960:1984](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7b986b58-58c5-4543-b9ce-9530ff4a1753/iso-5960-1984>

---

CDU 669.35 : 543.422 : 546.48

Réf. n° : ISO 5960-1984 (F)

Descripteurs : cuivre, alliage de cuivre, analyse chimique, dosage, cadmium, 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 5960 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 26, *Cuivre et alliages de cuivre*, et a été soumise aux comités membres en mai 1982.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

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

[ISO 5960:1984](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7b986b58-58c5-4543-b9ce-9530ff4e1753/iso-5960-1984)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7b986b58-58c5-4543-b9ce-9530ff4e1753/iso-5960-1984>

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

Australie

# Alliages de cuivre — Dosage du cadmium — 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 cadmium dans les alliages de cuivre au cadmium mentionnés dans les Normes internationales.

La méthode est applicable aux produits ayant des teneurs en cadmium comprises entre 0,000 5 et 2,0 % (m/m).

## 2 Principe

Mise en solution de la prise d'essai par un mélange acide nitrofluoroborique. Après dilution appropriée, nébulisation de la solution d'essai au sein d'une flamme air-acétylène et dosage de la teneur en cadmium par mesurage spectrométrique de l'absorption de la raie 228,3 nm, émise par une lampe à cathode creuse au cadmium.

## 3 Réactifs

Au cours de l'analyse, sauf indications différentes, 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, solution à 40 g/l, 30 ml d'acide fluorhydrique, solution à 40 % (V/V), 500 ml d'acide nitrique,  $\rho$  1,40 g/ml, et 150 ml d'eau.

### 3.2 Cuivre, solution de base à 20 g/l.

Introduire 20,0 g de cuivre exempt de cadmium dans un béccher de 1 000 ml en polytétrafluoréthylène, en polypropylène ou en polyéthylène basse pression. Ajouter 800 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 bécchers en polyéthylène ou en polypropylène, utiliser un bain-marie pour le chauffage. Laisser refroidir et transvaser la solution dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Compléter au trait de jauge et homogénéiser.

50 ml de cette solution contiennent 1 g de cuivre et 40 ml du mélange acide nitrofluoroborique (3.1).

### 3.3 Cadmium, solution étalon correspondant à 1,000 g de cadmium par litre.

Peser, à 0,001 g près, 1,000 g de cadmium (pureté 99,99 %). Introduire dans un béccher de 250 ml. Ajouter 10 ml d'eau et 5 ml d'acide nitrique,  $\rho$  1,4 g/ml. Couvrir et chauffer doucement (si nécessaire) jusqu'à dissolution complète du cadmium. 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 étalon contient 0,001 g de Cd.

### 3.4 Cadmium, solution étalon correspondant à 0,050 g de cadmium par litre.

Prélever à la pipette 50,0 ml de la solution étalon de cadmium (3.3) et les introduire dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Diluer au trait de jauge et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 50  $\mu$ g de Cd.

### 3.5 Cadmium, solution étalon correspondant à 0,005 g de cadmium par litre.

Prélever à la pipette 100,0 ml de la solution étalon de cadmium (3.4) et les introduire dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Diluer au trait de jauge et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 5  $\mu$ g de Cd.

## 4 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

### 4.1 Bécchers, en polytétrafluoréthylène, ou en polyéthylène, ou en polypropylène, de capacité de 250 ml.

### 4.2 Burette, graduée en intervalles de 0,05 ml.

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

4.4 Lampe à cathode creuse au cadmium.

4.5 Réserve d'air comprimé.

4.6 Acétylène en bouteille.

## 5 Échantillonnage<sup>1)</sup>

### 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 0,5 mm.

## 6 Mode opératoire

### 6.1 Prise d'essai

Peser à 0,000 1 g près, environ 1 g de l'échantillon à analyser (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 cadmium (3.4 ou 3.5) et de solution de base de cuivre (3.2), comme indiqué dans les tableaux 1, 2 ou 3, selon la teneur en cadmium présumée. Diluer au trait de jauge et homogénéiser.

Tableau 1 — Teneurs en cadmium comprises entre 0,000 5 et 0,1 % (m/m)

Solution étalon de cadmium		Masse de cadmium présente dans la solution étalon mg	Solution de base de cuivre (3.2) ml	Masse de cuivre présente dans la solution de base g	Teneur en cadmium correspondante de l'échantillon % (m/m)
(3.5) ml	(3.4) ml				
0*	—	0	50	1	0
1	—	0,005	50	1	0,000 5
2	—	0,01	50	1	0,001
6	—	0,03	50	1	0,003
10	—	0,05	50	1	0,005
15	—	0,075	50	1	0,007 5
20	—	0,10	50	1	0,010
—	6	0,30	50	1	0,030
—	10	0,5	50	1	0,050
—	15	0,75	50	1	0,075
—	20	1,0	50	1	0,100

\* Essai à blanc des réactifs pour l'étalonnage.

Tableau 2 — Teneurs en cadmium comprises entre 0,05 et 1,0 % (m/m)

Solution étalon de cadmium (3.4) ml	Masse de cadmium présente dans la solution étalon mg	Solution de base de cuivre (3.2) ml	Masse de cuivre présente dans la solution de base g	Teneur en cadmium correspondante de l'échantillon % (m/m)
0*	0	5	0,1	0
1	0,05	5	0,1	0,05
2	0,10	5	0,1	0,1
6	0,3	5	0,1	0,3
10	0,5	5	0,1	0,5
15	0,75	5	0,1	0,75
20	1,0	5	0,1	1,0

\* Essai à blanc des réactifs pour l'étalonnage.

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

Tableau 3 — Teneurs en cadmium comprises entre 0,5 et 2,0 % (m/m)

Solution étalon de cadmium (3.4) ml	Masse de cadmium présente dans la solution étalon mg	Solution de base de cuivre (3.2) ml	Masse de cuivre présente dans la solution de base g	Teneur en cadmium correspondante de l'échantillon % (m/m)
0*	0	2,5	0,05	0
5	0,25	2,5	0,05	0,5
10	0,5	2,5	0,05	1,0
15	0,75	2,5	0,05	1,5
20	1,0	2,5	0,05	2,0

\* Essai à blanc des réactifs pour l'étalonnage.

## 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.

### 6.2.2 Réglage de l'appareil

Équiper l'appareil (4.3) de la lampe à cathode creuse au cadmium (4.4), 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 228,8 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 mesure.

### 6.2.4 Tracé de la courbe d'étalonnage

Tracer un graphique en portant, par exemple, sur l'axe des abscisses, les masses de cadmium, 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 (4.1) en PTFE, polyéthylène (basse pression) ou polypropylène d'une capacité de 250 ml. Ajouter 40 ml du réactif d'attaque (3.1). Couvrir d'un verre de montre et faire chauffer doucement jusqu'à dissolution complète. Porter ensuite à une température d'environ

90 °C jusqu'à disparition complète des vapeurs nitreuses. Rincer le verre de montre et les parois du bécher et laisser refroidir.

### 6.3.1.1 Teneurs en cadmium comprises entre 0,005 et 0,1 % (m/m)

Transvaser la solution (6.3.1) dans une fiole jaugée de 100 ml. Diluer au trait de jauge et homogénéiser.

### 6.3.1.2 Teneurs en cadmium comprises entre 0,05 et 1 % (m/m)

Transvaser la solution (6.3.1) dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Diluer au trait de jauge et homogénéiser.

### 6.3.1.3 Teneurs en cadmium comprises entre 0,5 et 2,0 % (m/m)

Transvaser la solution (6.3.1) dans une fiole jaugée de 2 000 ml. Diluer au trait de jauge et homogénéiser.

## 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 cadmium 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 cadmium 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 cadmium (3.4 ou 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 et de cuivre de haute pureté que celles utilisées pour le dosage, mais en omettant la prise d'essai.

#### 6.5 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 cadmium et de composition similaire au produit à analyser. Suivre le mode opératoire spécifié en 6.1 à 6.4.

### 7 Expression des résultats

#### 7.1 Concentration de la solution d'essai

La concentration en cadmium,  $c$ , exprimée en milligrammes de cadmium 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 cadmium 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 cadmium 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 correspondante à la concentration  $c_1$ ;

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

#### 7.2 Teneur en cadmium de l'échantillon

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

$$\frac{(c - c_3)}{10 m} \times r_D$$

où

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

$c_3$  est la concentration, exprimée en milligrammes de cadmium par 100 ml, de la solution d'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 entre le volume de la solution d'essai (6.3.1) et celui des solutions témoins (6.2.1).

### 8 Procès-verbal d'essai

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

- a) toute identification se rattachant à l'échantillon analysé;
- b) la référence à la méthode utilisée;
- c) les résultats, 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.

Page blanche

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 5960:1984

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7b986b58-58c5-4543-b9ce-9530ff4a1753/iso-5960-1984>

Page blanche

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 5960:1984

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7b986b58-58c5-4543-b9ce-9530ff4a1753/iso-5960-1984>