
NORME INTERNATIONALE



793

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

Aluminium et alliages d'aluminium – Dosage du fer – Méthode photométrique à l'orthophénantroline

Première édition – 1973-11-15

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 793:1973

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d2c7f955-4cba-449c-abbe-8858319cfd85/iso-793-1973>

CDU 669.71 : 546.72 : 543.42

Réf. N° : ISO 793-1973 (F)

Descripteurs : aluminium, alliage d'aluminium, analyse chimique, dosage, fer, photométrie.

AVANT-PROPOS

ISO (Organisation Internationale de Normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (Comités Membres ISO). L'élaboration de Normes Internationales est confiée aux Comités Techniques 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.

Avant 1972, les résultats des travaux des Comités Techniques étaient publiés comme Recommandations ISO; maintenant, ces documents sont en cours de transformation en Normes Internationales. Compte tenu de cette procédure, la Norme Internationale ISO 793 remplace la Recommandation ISO/R 793-1968 établie par le Comité Technique ISO/TC 79, *Métaux légers et leurs alliages*.

Les Comités Membres des pays suivants avaient approuvé la Recommandation :

Afrique du Sud, Rép. d'	Egypte, Rép. arabe d'	Pologne
Allemagne	Espagne	Royaume-Uni
Argentine	France	Suède
Autriche	Hongrie	Suisse
Belgique	Inde	Tchécoslovaquie
Brésil	Israël	Turquie
Bulgarie	Italie	U.R.S.S.
Canada	Japon	U.S.A.
Chili	Norvège	Yougoslavie
Corée, Rép. de	Pays-Bas	

Le Comité Membre du pays suivant avait désapprouvé la Recommandation pour des raisons techniques :

Irlande

Aluminium et alliages d'aluminium – Dosage du fer – Méthode photométrique à l'orthophénantroline

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie une méthode de dosage photométrique du fer dans l'aluminium et les alliages d'aluminium.

La méthode est applicable aux produits ayant une teneur en fer comprise entre 0,05 et 2,50 %.

La méthode n'est pas applicable totalement aux cas particuliers suivants pour lesquels des modifications sont à apporter comme indiqué dans l'Annexe A ou l'Annexe B :

- a) aluminiums non alliés, alliages aluminium-silicium et tout autre produit difficilement attaquant par l'acide chlorhydrique (voir Annexe A);
- b) alliages au cuivre (teneur en cuivre supérieure à 5 %), au zinc (teneur en zinc supérieure à 4 %), au nickel (teneur en nickel supérieure à 2 %), ou bien alliages contenant une combinaison de ces éléments dont la teneur globale dépasse 5 % (voir Annexe B).

2 PRINCIPE

Attaque par l'acide chlorhydrique. Réduction du fer(III) en fer(II) par le chlorure d'hydroxylammonium.

Formation, en milieu tamponné à pH compris entre 3,5 et 4,5 du complexe fer(II) – orthophénantroline de coloration rouge-orangé.

Mesurage photométrique à une longueur d'onde voisine de 510 nm.¹⁾

3 RÉACTIFS

Au cours de l'analyse, n'utiliser que de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

3.1 Acide chlorhydrique, ρ 1,1 g/ml, solution 6 N environ.

Prélever 500 ml d'acide chlorhydrique (ρ 1,19 g/ml), solution 12 N environ, et compléter le volume à 1 000 ml avec de l'eau.

3.2 Acide chlorhydrique, ρ 1,16 g/ml, solution 10 N environ.

Diluer 820 ml d'acide chlorhydrique (ρ 1,19 g/ml) avec de l'eau et, après refroidissement à 20 °C, compléter le volume à 1 000 ml. Contrôler la densité relative et, le cas échéant, corriger la normalité de la solution.

3.3 Hydroxyde de sodium, solution 5 N.

Dissoudre 200 g d'hydroxyde de sodium (NaOH), dans une capsule de nickel, avec environ 400 ml d'eau. Après refroidissement, transvaser la solution dans une fiole jaugée de 1 000 ml, en rinçant la capsule, et compléter le volume à 1 000 ml. (Conserver dans des récipients de polyéthylène).

3.4 Mélange de réactifs

Mélanger, dans le rapport 1 : 1 : 3 en volume, des solutions suivantes :

3.4.1 Chlorure d'hydroxylammonium, solution à 10 g/l.

Dissoudre 10 g de chlorure d'hydroxylammonium ($\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$) dans un peu d'eau et compléter le volume à 1 000 ml.

3.4.2 Orthophénantroline, solution.

Dissoudre 2,5 g d'orthophénantroline monohydratée ($\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2\cdot\text{H}_2\text{O}$) ou 3 g de chlorhydrate d'orthophénantroline monohydratée ($\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2\cdot\text{HCl}\cdot\text{H}_2\text{O}$) dans de l'eau, chauffer doucement pour parfaire la dissolution, refroidir et compléter le volume à 1 000 ml avec de l'eau.

3.4.3 Solution tampon

Dissoudre 272 g d'acétate de sodium ($\text{CH}_3\text{COONa}\cdot 3\text{H}_2\text{O}$) dans 500 ml d'eau environ, filtrer, ajouter 240 ml d'acide acétique cristallisable (CH_3COOH) (ρ 1,05 g/ml), solution 17,4 N environ, et compléter le volume à 1 000 ml avec de l'eau.

Le mélange de réactifs doit être conservé dans un récipient en verre sombre; il est inutilisable au-delà de 4 semaines de conservation.

1) Le cuivre éventuellement présent, pouvant gêner s'il se trouve en quantité notable, est éliminé en grande partie lors de l'attaque. Parmi les éléments normalement présents dans l'aluminium et ses alliages, certains n'interfèrent pas tandis que d'autres forment avec l'orthophénantroline des complexes solubles incolores qui n'absorbent pas à la longueur d'onde à laquelle est effectuée le mesurage photométrique.

3.5 Fer, solution étalon à 0,2 g/l (1 ml contient 0,2 mg de fer).

3.5.1 Dissoudre 1,404 5 g de sulfate double de fer ferreux et d'ammonium $[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ dans un peu d'eau et ajouter 20 ml de l'acide chlorhydrique (3.1). Transvaser la solution dans une fiole jaugée de 1 000 ml et compléter au volume avec de l'eau;¹⁾

ou comme variante,

3.5.2 Dissoudre à chaud, dans un bécher de 100 ml couvert d'un verre de montre, 0,286 0 g d'oxyde ferrique (Fe_2O_3) pur, préalablement calciné à 600 °C, dans 30 ml de l'acide chlorhydrique (3.1). Après refroidissement, transvaser la solution dans une fiole jaugée de 1 000 ml et compléter le volume à 1 000 ml avec de l'eau.

3.6 Fer, solution étalon à 0,01 g/l (1 ml contient 0,01 mg de fer).

Transvaser 50,0 ml de solution étalon de fer (3.5) dans une fiole jaugée de 1 000 ml et compléter ensuite le volume à 1 000 ml avec de l'eau. Préparer la solution au moment de son emploi.

4 APPAREILLAGE

4.1 Matériel courant de laboratoire.

4.2 Spectrophotomètre, ou

4.3 Photocolorimètre.

5 ÉCHANTILLONNAGE

5.1 Échantillon pour laboratoire²⁾

5.2 Échantillon pour essai

Des copeaux d'épaisseur inférieure ou égale à 1 mm doivent être prélevés par perçage ou fraisage de l'échantillon pour laboratoire. Séparer, à l'aide d'un aimant, les impuretés accidentelles de fer.

6 MODE OPÉRATOIRE

6.1 Prise d'essai

Masse de la prise d'essai : $0,5 \pm 0,001$ g.

6.2 Tracé de la courbe d'étalonnage

Introduire, dans une série de huit fioles jaugées de 100 ml, respectivement 0 (solution de compensation) – 2,50 – 5,0 – 10,0 – 15,0 – 20,0 – 30,0 et 40,0 ml de la solution étalon de fer (3.6) contenant 0,01 mg de fer par millilitre.

Diluer chaque solution à 50 ml environ, ajouter 25 ml du mélange de réactifs (3.4), compléter le volume à 100 ml et agiter. Après 30 min, effectuer les mesurages photométriques au maximum de la courbe d'absorption (longueur d'onde voisine de 510 nm) après avoir ajusté l'appareil au zéro d'absorbance par rapport à la solution de compensation.

Tracer un graphique en portant, par exemple, sur l'axe des abscisses les valeurs des quantités de fer contenues dans 100 ml et, sur l'axe des ordonnées, les valeurs correspondantes de l'absorbance.

6.3 Essai à blanc

Effectuer, parallèlement à l'analyse, un essai à blanc en suivant le même mode opératoire et en utilisant les mêmes quantités de tous les réactifs.

6.4 Dosage

6.4.1 Attaque de la prise d'essai et préparation de la solution principale

Dans un bécher de capacité appropriée (250 ml par exemple) couvert d'un verre de montre, attaquer la prise d'essai par 15 ml de l'acide chlorhydrique (3.1). Faire bouillir quelques minutes.

Diluer à 25 ml environ. Faire bouillir durant 5 min. Diluer à 50 ml environ. Filtrer et laver, recueillir le filtrat dans une fiole jaugée de 250 ml ou de 500 ml, suivant la teneur en fer (voir tableau); refroidir, compléter au volume et mélanger.

TABEAU

Teneur présumée en fer	Dilution de la solution principale	Partie aliquote à prélever
%	ml	ml
0,05 à 0,2	250,0	50,0
0,2 à 0,8	500,0	50,0
0,8 à 1,5	500,0	25,0
1,5 à 2	500,0	20,0
2 à 2,50	500,0	10,0

1) Lorsque le degré de pureté du sulfate de fer ferreux et d'ammonium n'est pas connu, déterminer le titre exact à l'aide de dichromate de potassium et modifier en conséquence la masse devant être prélevée pour la solution étalon de fer (3.5).

2) L'échantillonnage de l'aluminium et des alliages d'aluminium fera l'objet d'une Norme Internationale ultérieure.

6.4.2 Réaction colorée

Prélever le volume de solution principale indiquée dans le tableau (en tenant compte des caractéristiques de l'appareil dont on dispose pour les mesures photométriques), le transvaser dans une fiole jaugée de 100 ml, diluer, si nécessaire, à 50 ml environ, ajouter 25 ml du mélange de réactifs (3.4), compléter le volume à 100 ml et mélanger.

6.4.3 Mesures photométriques

Après 30 min, effectuer le mesurage photométrique, selon les modalités exposées pour le tracé de la courbe d'étalonnage, après avoir ajusté l'appareil au zéro d'absorbance sur l'eau distillée ou sur la solution de l'essai à blanc (voir note, chapitre 8).

7 EXPRESSION DES RÉSULTATS

À l'aide de la courbe d'étalonnage, déterminer les masses de fer, exprimées en milligrammes, correspondant aux valeurs des mesures photométriques de la solution de la prise d'essai et de la solution de l'essai à blanc.

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

$$\text{Fe \% (m/m)} = \frac{m_1 - m_2 \times R}{10 m_0}$$

où

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

m_1 est la masse, en milligrammes, de fer trouvé dans la partie aliquote de la prise d'essai;

m_2 est la masse, en milligrammes, de fer trouvé dans une partie aliquote de même volume de la solution de l'essai à blanc;

R est le rapport entre le volume de la solution principale de la prise d'essai et le volume de la partie aliquote prélevée.

8 NOTE

Si les réactifs utilisés pour l'analyse sont très purs, la partie aliquote prélevée de la solution de l'essai à blanc, après avoir ajouté le mélange de réactifs (3.4) et après avoir complété le volume à 100 ml, est très peu colorée. Dans ce cas, il est recommandé d'utiliser cette solution pour ajuster l'appareil au zéro d'absorbance. Calculer ensuite la teneur en fer, en pourcentage en masse, à l'aide de la formule

$$\text{Fe \% (m/m)} = \frac{m_1 \times R}{10 m_0}$$

où m_1 , R et m_0 ont la même signification que dans la formule du chapitre 7.

9 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes :

- 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;
- compte-rendu de toutes opérations non prévues dans la présente Norme Internationale, ou facultatives.

ANNEXE A

**CAS PARTICULIERS DES ALUMINIUMS NON ALLIÉS, DES ALLIAGES ALUMINIUM-SILICIUM ET DE
TOUT AUTRE ALLIAGE D'ALUMINIUM DIFFICILEMENT ATTAQUABLE PAR L'ACIDE CHLORHYDRIQUE**

**MODIFICATIONS À APPORTER À LA MÉTHODE
GÉNÉRALE**

Remplacer le paragraphe 6.4.1 par le suivant :

Introduire la prise d'essai dans un récipient de platine (bêcher ou capsule) d'une contenance de 100 ml environ, ajouter avec précaution 20 ml de la solution d'hydroxyde de sodium (3.3) et couvrir le récipient d'un verre de montre.

Chauffer doucement et, après dissolution de la prise d'essai, rincer avec un peu d'eau le verre de montre et les parois du récipient; faire bouillir ensuite modérément la solution durant 2 à 3 min.

Dans les cas d'alliages ayant une teneur élevée en silicium (teneurs en silicium supérieures à 4 %), maintenir le récipient durant 20 min environ – ou davantage si nécessaire – à une température légèrement inférieure au point d'ébullition, de façon à compléter l'oxydation du silicium, tout en ayant soin d'ajouter de l'eau pour compenser les pertes par évaporation. Faire bouillir, enfin, durant 2 à 3 min. Rincer à l'eau le verre de montre et le récipient, diluer la solution à 25 ml environ, ajouter 20 ml d'acide chlorhydrique (3.2), agiter et faire bouillir doucement durant 10 min. Laisser refroidir, filtrer le résidu éventuel sur un filtre à texture moyenne et laver ensuite à l'eau le résidu et le filtre en recueillant le filtrat et les eaux de lavage dans une fiole jaugée de 250 ou de 500 ml, suivant la teneur en fer (voir tableau). Après refroidissement à la température ambiante, compléter au volume et mélanger.

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

ISO 793:1973

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d2c7f955-4cba-449c-abbe-8858319cfd85/iso-793-1973>

ANNEXE B

**CAS PARTICULIER DES ALLIAGES AU CUIVRE (TENEURS SUPÉRIEURES À 5 %), AU ZINC
(TENEURS SUPÉRIEURES À 4 %), AU NICKEL (TENEURS SUPÉRIEURES À 2 %) OU BIEN
DES ALLIAGES CONTENANT UNE COMBINAISON DE CES ÉLÉMENTS
DONT LA TENEUR GLOBALE DÉPASSE 5 %**

B.1 PRINCIPE

Le cuivre, le zinc et le nickel interfèrent lorsqu'ils sont présents en quantités notables dans la solution. On élimine ces interférences, dans les limites de pH adoptées, par l'addition d'un excès de la solution d'orthophéнантроline (3.4.2) qui entraîne la formation de complexes incolores et solubles n'absorbant pas à la longueur d'onde à laquelle on effectue la détermination du fer (une grande partie du cuivre est éliminée lors de l'attaque).

dont on dispose pour les mesures photométriques), le transvaser dans une fiole jaugée de 100 ml, diluer, si nécessaire, à 50 ml environ, ajouter 25 ml du mélange de réactifs (3.4) ainsi que 10 ml de la solution d'orthophéнантроline (3.4.2), compléter le volume à 100 ml et mélanger.

Ajouter un excès de 10 ml de la solution d'orthophéнантроline (3.4.2) pour le tracé de la courbe d'étalonnage.

**B.2 MODIFICATION À APPORTER À LA MÉTHODE
GÉNÉRALE**

Remplacer le paragraphe 6.4.2 par le suivant :

Prélever le volume de solution principale indiquée dans le tableau (en tenant compte des caractéristiques de l'appareil

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 793:1973

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d2c7f955-4cba-449c-abbe-8858319cfd85/iso-793-1973>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 793:1973

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d2c7f955-4cba-449c-abbe-8858319cfd85/iso-793-1973>