



Aluminium et alliages d'aluminium — Dosage du cuivre — Méthode photométrique à l'oxalyldihydrazide

*Aluminium and aluminium alloys — Determination of copper content — Oxalyldihydrazide
photometric method*

Première édition — 1976-02-01

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 795:1976

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b3587a23-8352-4a17-aab7-3043722e02bb/iso-795-1976>

CDU 669.71 : 546.56 : 543.4

Réf. n° : ISO 795-1976 (F)

Descripteurs : aluminium, alliage d'aluminium, analyse chimique, dosage, cuivre, méthode spectrophotométrique.

Prix basé sur 4 pages

AVANT-PROPOS

L'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, le Comité Technique ISO/TC 79 a examiné la Recommandation ISO/R 795 et est d'avis qu'elle peut, du point de vue technique, être transformée en Norme Internationale. La présente Norme Internationale remplace donc la Recommandation ISO/R 795-1968 à laquelle elle est techniquement identique.

La Recommandation ISO/R 795 avait été approuvée par les Comités Membres des pays suivants :

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

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

Royaume-Uni

Les Comités Membres des pays suivants ont désapprouvé la transformation de la Recommandation ISO/R 795 en Norme Internationale :

Royaume-Uni
Suisse

Aluminium et alliages d'aluminium – Dosage du cuivre – Méthode photométrique à l'oxalyldihydrazide

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

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

La méthode est applicable au dosage du cuivre aux teneurs comprises entre 0,002 et 0,8 % (*m/m*).

La méthode n'est pas applicable totalement au cas particulier des alliages à teneurs en silicium supérieures à 1 % (*m/m*), pour lequel des modifications sont à apporter, comme indiqué dans l'annexe.

2 PRINCIPE

Attaque par l'acide chlorhydrique.

Formation à pH compris entre 9,1 et 9,5, en présence d'acétaldéhyde, du complexe cuivre-oxalyldihydrazide de coloration violette, l'intervalle de pH optimal étant obtenu par addition d'une quantité contrôlée d'ammoniaque.

Mesurage spectrophotométrique à une longueur d'onde aux environs de 540 nm.¹⁾

3 RÉACTIFS

Au cours de l'analyse, n'utiliser que des réactifs de qualité analytique reconnue et que de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

3.1 Acide chlorhydrique, ρ 1,19 g/ml, solution 12 N environ.

3.2 Acide fluorhydrique, à 40 %, ρ 1,15 g/ml environ.

3.3 Acide nitrique, ρ 1,23 g/ml, solution 7,4 N environ.

Prélever 50 ml d'acide nitrique, ρ 1,40 g/ml, solution 15 N environ, et compléter le volume à 100 ml avec de l'eau.

3.4 Acide sulfurique, ρ 1,48 g/ml, solution 17,5 N environ.

Verser 50 ml d'acide sulfurique, $d = 1,84$ g/ml, solution 35,6 N environ, dans de l'eau et, après refroidissement, compléter le volume à 100 ml.

3.5 Eau oxygénée, à 36 % ρ 1,12 g/ml, 120 volumes environ.

3.6 Ammoniaque, ρ 0,90 g/ml, solution 14,4 N environ.

3.7 Acide citrique, solution à 500 g/l.

Dissoudre 500 g d'acide citrique ($C_6H_8O_7 \cdot H_2O$) dans de l'eau et compléter le volume à 1000 ml.

3.8 Acétaldéhyde, solution à 400 g/l.

Dans une fiole jaugée de 1000 ml, introduire 400 g d'acétaldéhyde (CH_3CHO), refroidir (à 5 °C environ); ajouter lentement de l'eau distillée refroidie (à 5 °C environ) et compléter le volume à 1000 ml.

Conserver à une température de 15 °C environ.

NOTE – Comme un échauffement se produit lors du mélange de l'eau et de l'acétaldéhyde et comme l'acétaldéhyde est très volatil (température d'ébullition 21 °C), il est conseillé de refroidir avec de l'eau froide le récipient dans lequel est effectué le mélange.

3.9 Oxalyldihydrazide, solution à 2,5 g/l.

Dissoudre 2,5 g d'oxalyldihydrazide ($C_2H_6N_4O_2$) dans de l'eau tiède (40 à 50 °C) et, après refroidissement à 20 °C, compléter le volume à 1000 ml. Filtrer si nécessaire.

3.10 Cuivre, solution étalon correspondant à 1 g de Cu par litre.

3.10.1 Dans un bécher de forme haute, de capacité appropriée (par exemple 400 ml) dissoudre 1 g de cuivre électrolytique (titre supérieur ou égal à 99,95 %) dans 10 ml de l'acide nitrique dilué (3.3) auxquels ont été ajoutés 20 ml d'eau. Couvrir avec un verre de montre. Quand la dissolution est complète, évaporer au bain-marie jusqu'à début de cristallisation. Reprendre avec de l'eau, transvaser dans une fiole jaugée de 1000 ml, rincer et, après refroidissement, compléter le volume à 1000 ml avec de l'eau;

1 ml de cette solution contient 1 mg de cuivre.

ou, comme variante,

3.10.2 Dissoudre 3,929 6 g de sulfate de cuivre(II) cristallisé pentahydraté ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$) dans de l'eau et compléter le volume à 1000 ml.

1) L'aluminium est complexé par l'acide citrique. Les éléments d'alliages et les impuretés présents dans l'aluminium et ses alliages n'interfèrent pas.

3.11 Cuivre, solution étalon correspondant à 0,05 g de Cu par litre.

Transvaser 50,0 ml de la solution-étalon (3.10) dans une fiole jaugée de 1000 ml et compléter le volume à 1000 ml avec de l'eau.

1 ml de cette solution contient 0,05 mg de cuivre.

3.12 Cuivre, solution étalon correspondant à 0,005 g de Cu par litre.

Transvaser 50,0 ml de la solution étalon (3.11) dans une fiole jaugée de 500 ml et compléter le volume à 500 ml avec de l'eau.

1 ml de cette solution contient 5 µg de cuivre.

Préparer au moment de l'emploi.

3.13 Cuivre, solution étalon correspondant à 0,0025 g de Cu par litre.

Transvaser 50,0 ml de la solution-étalon (3.11) dans une fiole jaugée de 1000 ml et compléter le volume à 1000 ml avec de l'eau.

1 ml de cette solution contient 2,5 µg de cuivre.

Préparer au moment de l'emploi.

4 APPAREILLAGE

4.1 Matériel courant de laboratoire, et

4.2 **Électrophotomètre** ou **spectrophotomètre** (longueur d'onde aux environs de 540 nm).

5 ÉCHANTILLONNAGE

5.1 **Échantillon pour laboratoire**¹⁾

5.2 **Échantillon pour essai**

Des copeaux d'épaisseur non supérieure à 1 mm doivent être obtenus par perçage ou fraisage de l'échantillon pour laboratoire.

6 MODE OPÉRATOIRE

6.1 **Courbe d'étalonnage**

6.1.1 *Mise en solution dans l'acide chlorhydrique*

Dans un bécher de 250 ml introduire 30 ml de l'acide chlorhydrique (3.1) et 1 ml de l'eau oxygénée (3.5), puis évaporer presque complètement le liquide. Ajouter 50 ml d'eau, porter à l'ébullition durant 5 min environ, refroidir

et transvaser en fiole jaugée de 200 ml. Compléter le volume à 200 ml avec de l'eau.

6.1.2 *Essai préliminaire de contrôle du pH*

Dans un bécher de capacité appropriée (de 50 ou 100 ml environ par exemple), introduire 10 ml de la solution d'acide chlorhydrique (6.1.1), 10 ml de la solution étalon de cuivre (3.12), 2 ml de la solution d'acide citrique (3.7), agiter et ajouter enfin 10 ml de la solution d'acétaldéhyde (3.8).

À l'aide d'une pipette graduée ou d'une burette ajouter, en agitant, de l'ammoniaque (3.6) en quantité suffisante de façon à amener à 9,3 environ (de 9,1 à 9,5) la valeur du pH de la solution.

Noter le nombre de millilitres d'ammoniaque employés pour corriger le pH (quantité de l'ordre de 7 à 9 ml). Cette solution d'essai doit être rejetée.

6.1.3 *Tracé de la courbe d'étalonnage.*

Introduire, dans une série de neuf fioles jaugées de 50 ml, 10 ml de la solution d'acide chlorhydrique (6.1.1), puis respectivement 0 (solution de compensation) – 2,0 – 4,0 – 6,0 – 8,0 et 10,0 ml de la solution étalon de cuivre (3.13), et dans les trois fioles restantes respectivement, 6,0 – 8,0 et 10,0 ml de la solution étalon de cuivre (3.12). Ajouter dans chaque fiole 2 ml de la solution d'acide citrique (3.7) et agiter, puis ajouter la quantité d'ammoniaque (3.6) déterminée par l'essai préliminaire de contrôle du pH indiqué en 6.1.2 et 10 ml de la solution d'acétaldéhyde (3.8). Refroidir à 20 °C environ et enfin ajouter 10 ml de la solution d'oxalyldihydrazide (3.9).

Compléter le volume à 50 ml avec de l'eau et agiter. Après 30 min, effectuer les mesurages photométriques au maximum de la courbe d'absorption (longueur d'onde aux environs de 540 nm), après avoir ajusté l'appareil au zéro d'absorbance sur la solution de compensation.

Tracer un graphique en portant, par exemple, sur l'axe des abscisses les quantités de cuivre contenues dans 50 ml et, sur l'axe des ordonnées, les valeurs correspondantes de l'absorbance.

6.2 **Prise d'essai**

Effectuer la pesée de la prise d'essai avec une précision de $\pm 0,001$ g, suivant les quantités indiquées au tableau.

6.3 **Dosage**

6.3.1 *Attaque de la prise d'essai*

La prise d'essai, la dilution de la solution principale et la partie aliquote à prélever selon la teneur présumée en cuivre sont indiquées dans le tableau.

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

TABLEAU

| Teneur en cuivre présumée | Masse de la prise d'essai | Volume de la solution principale | Volume de la partie aliquote à prélever | Masse de cuivre présente dans l'aliquote |
|---------------------------|---------------------------|----------------------------------|---|--|
| % | g | ml | ml | μg |
| de 0,002 à 0,02 | 2 | 100 | 10,0 | 4 à 40 |
| plus de 0,02 à 0,08 | 1 | 200 | 10,0 | 10 à 40 |
| plus de 0,08 à 0,2 | 1 | 500 | 10,0 | 16 à 40 |
| plus de 0,2 à 0,4 | 1 | 500 | 5,0 | 20 à 40 |
| plus de 0,4 à 0,8 | 0,5 | 500 | 5,0 | 20 à 40 |

Introduire la prise d'essai dans un bécher de forme haute et de capacité appropriée (par exemple 250 ml). Ajouter environ 20 ml d'eau, puis, par petites fractions, 30 ml de l'acide chlorhydrique (3.1). Couvrir avec un verre de montre et, si nécessaire, chauffer doucement pour faciliter l'attaque. Ajouter, goutte à goutte, 1 ml de l'eau oxygénée (3.5), porter à l'ébullition¹⁾. Évaporer jusqu'à l'obtention d'une masse pâteuse.

Reprendre avec environ 50 ml d'eau chaude et chauffer pour faciliter la solubilisation des sels. Laisser refroidir, filtrer si nécessaire sur filtre à texture moyenne et recueillir le filtrat dans la fiole jaugée appropriée (voir colonne «Volume de la solution principale» du tableau). Rincer le bécher et le filtre à l'eau tiède, ajouter les eaux de lavage à la solution principale.

Après refroidissement à la température ambiante, compléter au volume avec de l'eau et agiter.

6.3.2 Essai préliminaire de contrôle du pH

Prélever la partie aliquote spécifiée dans le tableau 2 et l'introduire dans un bécher de capacité appropriée (50 ou 100 ml par exemple) et ajouter environ 10 ml d'eau. Ajouter 3 ml de la solution d'acide citrique (3.7) si la prise d'essai est de 2 g, ou 2 ml si la prise d'essai est de 1 ou 0,5 g. Agiter et ajouter ensuite 10 ml de la solution d'acétaldéhyde (3.8).

À l'aide d'une pipette graduée ou d'une burette, verser, en agitant, l'ammoniaque (3.6) en quantité suffisante pour amener à 9,3 environ (9,1 à 9,5) le pH de la solution.

Noter le nombre de millilitres d'ammoniaque employés pour la correction du pH (quantités de l'ordre de 7 à 9 ml). Cette solution d'essai doit être rejetée.

6.3.3 Réaction colorée

Dans une fiole jaugée de 50 ml, introduire une partie

aliquote de la solution principale de même volume que celle utilisée pour le contrôle du pH. Ajouter, selon la prise d'essai utilisée, 3 ml de la solution d'acide citrique (3.7) si la prise d'essai est de 2 g, ou bien 2 ml si la prise d'essai est de 1 ou de 0,5 g, et agiter.

Ajouter ensuite la quantité de l'ammoniaque (3.6) déterminée par l'essai préliminaire (voir 6.3.2), puis 10 ml de la solution d'acétaldéhyde (3.8) et, enfin, ajouter 10 ml de la solution d'oxalyldihydraside (3.9); refroidir à 20 °C environ. Compléter le volume à 50 ml avec de l'eau et agiter.

6.3.4 Essai à blanc

Dans un bécher de forme haute et d'une capacité appropriée (par exemple 250 ml), introduire 30 ml de l'acide chlorhydrique (3.1) et 1 ml de l'eau oxygénée (3.5). Couvrir avec un verre de montre et évaporer presque complètement. Reprendre avec de l'eau et transvaser la solution dans une fiole jaugée dont la capacité est la même que celle de la fiole utilisée pour la solution principale de la prise d'essai, et compléter au volume à la température ambiante.

Prélever une partie aliquote correspondant à celle de l'essai de réaction colorée, et contrôler la valeur du pH en suivant la technique décrite en 6.3.2.

Prélever ensuite une deuxième partie aliquote de la solution de l'essai à blanc et opérer suivant le mode opératoire décrit en 6.3.3.

6.3.5 Mesure photométrique

Après 30 min, effectuer le mesurage photométrique de la solution colorée au maximum de la courbe d'absorption (longueur d'onde aux environs de 540 nm) après avoir ajusté l'appareil au zéro d'absorbance sur la solution de l'essai à blanc.

1) Voir en annexe la modification à apporter à la méthode générale dans le cas particulier des alliages d'aluminium à teneurs en silicium supérieures à 1 % (m/m).

7 EXPRESSION DES RÉSULTATS

À l'aide de la courbe d'étalonnage (6.1.3), déterminer la quantité de cuivre correspondant à la valeur de la mesure photométrique de la partie aliquote de la solution principale.

La teneur en cuivre, Cu, est donnée, en pourcentage en masse, par la formule

$$\frac{m_1 \times D}{10 m_0}$$

où

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

m_1 est la masse, en milligrammes, du cuivre contenu dans la partie aliquote prélevée de la solution principale;

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

8 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

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

- a) référence de la méthode utilisée;
- b) résultats, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;
- c) compte rendu de tous détails particuliers éventuels relevés au cours de l'essai;
- d) compte rendu de toutes opérations non prévues dans la présente Norme Internationale, ou de toutes opérations facultatives.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 795:1976](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b3587a23-8352-4a17-aab7-3043722e02bb/iso-795-1976)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b3587a23-8352-4a17-aab7-3043722e02bb/iso-795-1976>

ANNEXE

CAS PARTICULIER DES ALLIAGES D'ALUMINIUM À TENEUR EN SILICIUM SUPÉRIEURE À 1 % (m/m)

A.1 PRINCIPE DE LA MÉTHODE PARTICULIÈRE UTILISÉE

Le silicium graphiteux qui reste comme résidu insoluble après l'attaque de la prise d'essai retient des traces appréciables de cuivre. Il faut donc procéder à la filtration du silicium graphiteux, à son lavage, à l'évaporation fluorhydrique et enfin à la récupération du cuivre dans le résidu.

A.2 MODIFICATION À APPORTER À LA MÉTHODE GÉNÉRALE

Dans le paragraphe 6.3.1, introduire après l'appel de note 1) ce qui suit :

Diluer à un volume compris entre 70 et 80 ml environ avec de l'eau, refroidir et filtrer sur double filtre à texture moyenne en lavant le bécher et le filtre à l'eau bouillante. Recueillir le filtrat et les eaux de lavage dans un bécher de forme haute et d'une capacité appropriée (solution principale). Introduire le filtre avec son résidu dans un creuset en platine, sécher à une température comprise entre 110 et 120 °C dans une étuve à l'air chaud, puis incinérer avec précaution, jusqu'à combustion complète du filtre, à une température ne dépassant pas 600 °C, en ayant soin de ne pas enflammer le papier filtre (pour éviter des pertes de cuivre). Après refroidissement, introduire dans le creuset 5 ml environ de l'acide fluorhydrique (3.2), 1 ml de l'acide sulfurique (3.4) et enfin, goutte à goutte, de l'acide nitrique dilué (3.3) jusqu'à parfaite limpidité de la solution. Évaporer jusqu'à complète élimination des fumées blanches d'acide sulfurique, laisser refroidir, reprendre avec quelques millilitres d'eau chaude et une ou deux gouttes de l'acide chlorhydrique (3.1). Chauffer doucement, filtrer si nécessaire et ajouter la solution obtenue à la solution principale. Évaporer cette dernière jusqu'à l'obtention d'une masse pâteuse.

Reprendre avec environ 50 ml . . . à partir de ce point, le paragraphe 6.3.1 ne présente aucun changement.

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 795:1976

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b3587a23-8352-4a17-aab7-3043722e02bb/iso-795-1976>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 795:1976

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b3587a23-8352-4a17-aab7-3043722e02bb/iso-795-1976>