
NORME INTERNATIONALE



1053

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

Zinc — Dosage du cuivre — Méthode spectrophotométrique

Zinc — Determination of copper content — Spectrophotometric method

Première édition — 1975-06-15

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 1053:1975](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/54950bca-0c04-47f1-bec9-9638fc83f072/iso-1053-1975>

CDU 669.5 : 543.42 : 546.56

Réf. n° : ISO 1053-1975 (F)

Descripteurs : zinc, analyse chimique, dosage, cuivre, méthode spectrophotométrique.

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 18 a examiné la Recommandation ISO/R 1053 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 1053-1969 à laquelle elle est techniquement identique.

La Recommandation ISO/R 1053 avait été approuvée par les Comités Membres des pays suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	Égypte, Rép. arabe d'	Nouvelle-Zélande
Allemagne	Espagne	Pologne
Australie	France	Royaume-Uni
Belgique	Grèce	Suède
Brésil	Inde	Tchécoslovaquie
Canada	Iran	Turquie
Chili	Israël	U.S.A.
Corée, Rép. de	Italie	Yougoslavie
Corée, Rép. dém. p. de	Norvège	

Aucun Comité Membre n'avait désapprouvé la Recommandation.

Aucun Comité Membre n'a désapprouvé la transformation de la Recommandation ISO/R 1053 en Norme Internationale.

Zinc – Dosage du cuivre – Méthode spectrophotométrique

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie deux méthodes de dosage spectrophotométrique du cuivre dans les zincs.

Les méthodes sont applicables à tous les types de zinc définis dans l'ISO/R 752.

La première méthode est applicable pour des teneurs en cuivre comprises entre 0,000 5 et 0,005 %.

La deuxième méthode est applicable pour des teneurs en cuivre comprises entre 0,002 5 et 0,1 %.

2 RÉFÉRENCES

ISO/R 752, *Zinc en lingots*.

ISO 3751, *Zinc en lingots – Prélèvement et préparation des échantillons pour analyse chimique*.¹⁾

3 PREMIÈRE MÉTHODE SPECTROPHOTOMÉTRIQUE

(Teneurs en cuivre comprises entre 0,000 5 et 0,005 %.)

3.1 Principe

Spectrophotométrie de la coloration violette que donne le cuivre avec l'oxalyldihydrazide et l'acétaldéhyde dans les limites de pH 9,0 à 10,0.

3.2 Réactifs

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

3.2.1 Acide chlorhydrique, ρ 1,19 g/ml.

3.2.2 Eau oxygénée, à 30 % (m/m) de H₂O₂.

3.2.3 Acide citrique monohydraté, solution à 500 g/l.

3.2.4 Ammoniaque, ρ 0,91 g/ml.

3.2.5 Acétaldéhyde, solution méthanolique à 40 % (V/V).²⁾

Le point d'ébullition de l'acétaldéhyde étant de 21 °C et un échauffement se produisant lors du mélange de l'acétaldéhyde et du méthanol, il est conseillé de refroidir le récipient, dans lequel est effectué le mélange, avec de l'eau froide.

3.2.6 Oxalyldihydrazide, solution aqueuse à 2,5 g/l.

Chauffer légèrement pour faciliter la dissolution.

3.2.7 Mélange acétaldéhyde-oxalyldihydrazide.

Mélanger 1 volume de la solution d'acétaldéhyde (3.2.5) à 1 volume de la solution d'oxalyldihydrazide (3.2.6). Laisser reposer durant 2 h. Filtrer si nécessaire.

3.2.8 Cuivre, solution étalon à 25 mg/l.

Attaquer, à la température ambiante, 0,500 g de cuivre électrolytique, pesé à 0,001 g près, par 20 ml de l'acide chlorhydrique (3.2.1) additionnés de 5 ml de l'eau oxygénée (3.2.2). Après dissolution, décomposer par ébullition l'excès d'eau oxygénée. Refroidir. Transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 1 l. Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser. Transférer 50 ml de cette solution dans une fiole jaugée de 1 l. Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

1 ml de cette solution contient 0,025 mg de cuivre.

3.2.9 Zinc, solution exempte de cuivre.

Dans un bécher de 2 l, introduire 200 g de zinc pur et les dissoudre par 750 ml environ de l'acide chlorhydrique (3.2.1). Après la dissolution, évaporer jusqu'à consistance sirupeuse, laisser refroidir, puis diluer à environ 400 ml. Ajouter 20 g de poussières de zinc et agiter durant 45 min (à l'aide d'un agitateur magnétique). Filtrer sur filtre à texture serrée dans une fiole jaugée de 500 ml. Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

25 ml de cette solution contiennent 10 g de zinc.

3.2.10 Chlorure de nickel, solution.

Dissoudre 0,5 g de nickel dans une quantité minimale de l'acide chlorhydrique (3.2.1). Diluer à 1 l.

1) Actuellement au stade de projet.

2) Cette solution alcoolique présente l'avantage d'être plus stable que la solution aqueuse.

3.3 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

3.3.1 Spectrophotomètre, longueur d'onde de 540 nm et cuves de 1 cm d'épaisseur.

3.4 Échantillonnage

L'échantillonnage doit être effectué conformément aux prescriptions de l'ISO 3751.

3.5 Mode opératoire

3.5.1 *Prise d'essai*

Peser, à 0,01 g près, 10 g de l'échantillon pour essai.

3.5.2 *Essai à blanc*

Effectuer, en même temps que la détermination réelle, un essai à blanc en opérant comme suit :

3.5.2.1 PRÉPARATION DE LA SOLUTION

3.5.2.1.1 Dans un bécher de 250 ml, introduire 25 ml de la solution de zinc exempte de cuivre (3.2.9).

3.5.2.1.2 Ajouter 50 ml de l'acide chlorhydrique (3.2.1).

3.5.2.1.3 Ajouter quelques gouttes de l'eau oxygénée (3.2.2).

3.5.2.1.4 Continuer les opérations décrites de 3.5.4.1.3 à 3.5.4.1.5.

3.5.2.2 DÉVELOPPEMENT DE LA COLORATION

Procéder au développement de la coloration comme indiqué en 3.5.4.2.

3.5.2.3 MESURE SPECTROPHOTOMÉTRIQUE

Effectuer les mesurages spectrophotométriques comme indiqué en 3.5.4.3.

3.5.3 *Tracé de la courbe d'étalonnage*

3.5.3.1 Dans une série de béchers de 250 ml, introduire respectivement 0, 4, 8, 12, 16 et 20 ml de la solution étalon de cuivre (3.2.8), correspondant à 0 – 0,1 – 0,2 – 0,3 – 0,4 et 0,5 mg de cuivre.

3.5.3.2 Ajouter 25 ml de la solution de zinc exempte de cuivre (3.2.9).

3.5.3.3 Évaporer jusqu'à consistance sirupeuse et continuer les opérations décrites de 3.5.4.1.4 à 3.5.4.2.2.

3.5.3.4 Effectuer les mesurages photométriques par rapport au terme zéro de la gamme d'étalonnage.

3.5.4 *Dosage*

3.5.4.1 PRÉPARATION DE LA SOLUTION

3.5.4.1.1 Introduire la prise d'essai dans un bécher de 250 ml et attaquer par 50 ml de l'acide chlorhydrique (3.2.1).¹⁾

3.5.4.1.2 Oxyder et parfaire la dissolution en ajoutant quelques gouttes de l'eau oxygénée (3.2.2).

3.5.4.1.3 Évaporer jusqu'à consistance sirupeuse.

3.5.4.1.4 Refroidir. Reprendre par de l'eau. Chauffer légèrement pour redissoudre les résidus d'évaporation. Refroidir. Transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 50 ml. Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

3.5.4.1.5 Prélever une partie aliquote de 10 ml et la transvaser dans une fiole jaugée de 50 ml.

Ajouter successivement

– 2 ml de la solution d'acide citrique (3.2.3);

– 15 ml de l'ammoniaque (3.2.4).

Refroidir.

3.5.4.2 DÉVELOPPEMENT DE LA COLORATION

3.5.4.2.1 Ajouter 20 ml du mélange acétaldéhyde-oxalyldihydrazide (3.2.7). Homogénéiser. Laisser refroidir. Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

3.5.4.2.2 Laisser la coloration se développer durant au moins 60 min.

3.5.4.3 MESURE SPECTROPHOTOMÉTRIQUE

Effectuer les mesurages spectrophotométriques par rapport à la solution de l'essai à blanc à une longueur d'onde de 540 nm (3.3.1).

3.6 Expression des résultats

Déterminer la teneur en cuivre en se référant à la courbe d'étalonnage (voir 3.5.3).

3.7 Procès-verbal d'essai

Le procès-verbal d'essai doit indiquer la méthode utilisée et les résultats obtenus.

Il doit, en outre, mentionner tous les détails opératoires non prévus dans la présente Norme Internationale, ou

1) En cas de mise en solution très difficile, il est possible d'ajouter 2 ml de la solution de chlorure de nickel (3.2.10) pour activer l'attaque.

facultatifs, ainsi que les incidents susceptibles d'avoir agi sur les résultats.

Le procès-verbal d'essai doit donner tous les renseignements nécessaires à l'identification complète de l'échantillon.

4 DEUXIÈME MÉTHODE SPECTROPHOTOMÉTRIQUE

(Teneurs en cuivre comprises entre 0,002 5 et 0,1 %)

4.1 Principe

Spectrophotométrie de la coloration violette que donne le cuivre avec l'oxalyldihydrazide et l'acétaldéhyde dans les limites de pH 9,0 à 10,0.

4.2 Réactifs

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

4.2.1 Acide chlorhydrique, ρ 1,19 g/ml.

4.2.2 Eau oxygénée à 30 % (m/m) de H₂O₂.

4.2.3 Acide citrique monohydraté, solution à 500 g/l.

4.2.4 Ammoniaque, ρ 0,91 g/ml.

4.2.5 Acétaldéhyde, solution méthanolique à 40 % (V/V).¹⁾

Le point d'ébullition de l'acétaldéhyde étant de 21 °C et un échauffement se produisant lors du mélange de l'acétaldéhyde et du méthanol, il est conseillé de refroidir le récipient, dans lequel est effectué le mélange, avec de l'eau froide.

4.2.6 Oxalyldihydrazide, solution aqueuse à 2,5 g/l.

Chauffer très légèrement pour faciliter la dissolution.

4.2.7 Mélange acétaldéhyde-oxalyldihydrazide.

Mélanger 1 volume de la solution d'acétaldéhyde (4.2.5) à 1 volume de la solution d'oxalyldihydrazide (4.2.6). Laisser reposer durant 2 h. Filtrer si nécessaire.

4.2.8 Cuivre, solution étalon à 10 mg/l.

Attaquer, à la température ambiante, 0,200 g de cuivre électrolytique, pesé à 0,000 5 g près, par 5 ml de l'acide chlorhydrique (4.2.1) additionnés de 2 ml de l'eau oxygénée (4.2.2). Après dissolution, décomposer par ébullition l'excès d'eau oxygénée. Refroidir. Transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 1 l. Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser. Transférer 50 ml de cette solution dans une fiole jaugée de 1 l. Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

1 ml de cette solution contient 0,01 mg de cuivre.

4.2.9 Chlorure de nickel, solution.

Dissoudre 0,5 g de nickel dans une quantité minimale de l'acide chlorhydrique (4.2.1). Diluer à 1 l.

4.3 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

4.3.1 Spectrophotomètre, longueur d'onde de 540 nm et cuves de 1 cm d'épaisseur.

4.4 Échantillonnage

L'échantillonnage doit être effectué conformément aux prescriptions de l'ISO 3751.

4.5 Mode opératoire

4.5.1 Prise d'essai

Peser, à 0,01 g près, 10 g de l'échantillon pour essai.

4.5.2 Essai à blanc

Effectuer, en même temps que la détermination réelle, un essai à blanc en opérant comme suit :

4.5.2.1 PRÉPARATION DE LA SOLUTION

4.5.2.1.1 Introduire 50 ml de l'ammoniaque (4.2.4) dans un bécher de 250 ml. Évaporer à sec.

4.5.2.1.2 Ajouter 50 ml de l'acide chlorhydrique (4.2.1) et évaporer jusqu'à un volume final de 1 à 2 ml. Refroidir.

4.5.2.1.3 Reprendre par de l'eau et transvaser quantitativement dans une fiole jaugée selon les indications du tableau du paragraphe 4.5.4.1.4. Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

4.5.2.1.4 Prélever une partie aliquote de 10 ml dans une fiole jaugée de 50 ml.

Ajouter successivement

- 2 ml de la solution d'acide citrique (4.2.3);
- 5 ml de l'ammoniaque (4.2.4).

Refroidir.

4.5.2.2 DÉVELOPPEMENT DE LA COLORATION

4.5.2.2.1 Ajouter 20 ml du mélange acétaldéhyde-oxalyldihydrazide (4.2.7). Homogénéiser. Laisser refroidir. Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

4.5.2.2.2 Laisser la coloration se développer durant au moins 60 min.

1) Cette solution alcoolique présente l'avantage d'être plus stable que la solution aqueuse.

4.5.2.3 MESURE SPECTROPHOTOMÉTRIQUE

Effectuer les mesurages spectrophotométriques comme indiqué en 4.5.4.3.

4.5.3 Tracé de la courbe d'étalonnage

4.5.3.1 Dans une série de fioles jaugées de 50 ml, introduire respectivement 0, 2, 4, 6, 8 et 10 ml de la solution étalon de cuivre (4.2.8), correspondant à 0 – 0,02 – 0,04 – 0,06 – 0,08 et 0,1 mg de cuivre.

4.5.3.2 Compléter avec de l'eau pour obtenir un volume de 10 ml environ.

Ajouter successivement

- 2 ml de l'acide citrique (4.2.3);
- 5 ml de l'ammoniaque (4.2.4).

Continuer les opérations décrites en 4.5.4.2.

4.5.3.3 Effectuer les mesurages photométriques par rapport au terme zéro de la gamme d'étalonnage.

4.5.4 Dosage

4.5.4.1 PRÉPARATION DE LA SOLUTION

4.5.4.1.1 Introduire la prise d'essai dans un bécber de 250 ml et attaquer par 50 ml de l'acide chlorhydrique (4.2.1).¹⁾

4.5.4.1.2 Oxyder et parfaire la dissolution en ajoutant quelques gouttes de l'eau oxygénée (4.2.2).

4.5.4.1.3 Évaporer jusqu'à consistance sirupeuse.

4.5.4.1.4 Refroidir. Reprendre par de l'eau. Chauffer légèrement pour redissoudre les résidus d'évaporation. Refroidir. Transvaser quantitativement dans une fiole jaugée selon les indications du tableau ci-dessous :

Teneur présumée en cuivre	Capacité de la fiole jaugée
%	ml
de 0,002 5 à 0,025	250
de 0,01 à 0,1	1 000

Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

4.5.4.1.5 Prélever une partie aliquote de 10 ml et transvaser dans une fiole jaugée de 50 ml.

Ajouter successivement

- 2 ml de la solution d'acide citrique (4.2.3);
- la quantité de l'ammoniaque (4.2.4) donnée dans le tableau suivant, d'après la dilution choisie conformément à 4.5.4.1.4.

Capacité de la fiole jaugée (voir 4.5.4.1.4)	Volume d'ammoniaque (4.2.4)
ml	ml
250	7
1 000	5,5

Refroidir.

4.5.4.2 DÉVELOPPEMENT DE LA COLORATION

4.5.4.2.1 Ajouter 20 ml du mélange acétaldéhyde-oxalyldihydrazide (4.2.7). Homogénéiser. Laisser refroidir. Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

4.5.4.2.2 Laisser la coloration se développer durant au moins 60 min.

4.5.4.3 MESURE SPECTROPHOTOMÉTRIQUE

Effectuer les mesurages spectrophotométriques par rapport à la solution de l'essai à blanc, à une longueur d'onde de 540 nm (4.3.1).

4.6 Expression des résultats

Déterminer la teneur en cuivre en se référant à la courbe d'étalonnage (voir 4.5.3).

4.7 Procès-verbal d'essai

Le procès-verbal d'essai doit indiquer la méthode utilisée et les résultats obtenus. Il doit, en outre, mentionner tous les détails opératoires non prévus dans la présente Norme Internationale, ou facultatifs, ainsi que les incidents susceptibles d'avoir agi sur les résultats.

Le procès-verbal d'essai doit donner tous les renseignements nécessaires à l'identification complète de l'échantillon.

1) En cas de mise en solution très difficile, il est possible d'ajouter 2 ml de la solution de chlorure de nickel (4.2.9) pour activer l'attaque.

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 1053:1975](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/54950bca-0c04-47f1-beec-9638fc83f072/iso-1053-1975>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 1053:1975](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/54950bca-0c04-47f1-beec-9638fc83f072/iso-1053-1975>