
NORME INTERNATIONALE 1553

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

Cuivres non alliés à teneur en cuivre supérieure ou égale à 99,90 % — Dosage du cuivre — Méthode électrolytique

Unalloyed copper containing not less than 99,90 % of copper — Determination of copper content — Electrolytic method

iTeh STANDARD PREVIEW

Première édition — 1976-11-15

(standards.iteh.ai)

[ISO 1553:1976](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fa86534f-63ef-49e7-ab52-355c41b7bb01/iso-1553-1976)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fa86534f-63ef-49e7-ab52-355c41b7bb01/iso-1553-1976>



CDU 669.3 : 543.25

Réf. no : ISO 1553-1976 (F)

Descripteurs : cuivre, analyse chimique, dosage, titre, méthode électrolytique, méthode spectrophotométrique.

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.

Avant 1972, les résultats des travaux des comités techniques étaient publiés comme recommandations ISO; ces documents sont en cours de transformation en Normes internationales. Compte tenu de cette procédure, le comité technique ISO/TC 26, *Cuivre et alliages de cuivre*, après examen, est d'avis que la Recommandation ISO/R 1553-1971 peut, du point de vue technique, être transformée. La présente Norme internationale remplace donc la Recommandation ISO/R 1553-1971, à laquelle elle est techniquement identique.

Les comités membres des pays suivants avaient désapprouvé la Recommandation ISO/R 1553 :

Afrique du Sud, Rép. d'	Hongrie	Pologne
Allemagne	Inde	Royaume-Uni
Australie	Iran	Suède
Belgique	Israël	Suisse
Canada	Italie	Tchécoslovaquie
Cuba	Japon	Thaïlande
Égypte, Rép. arabe d'	Nouvelle-Zélande	Turquie
Espagne	Norvège	U.S.A.
Finlande	Pays-Bas	Yougoslavie
France	Pérou	

Aucun comité membre ne l'avait désapprouvée.

Les comités membres des pays suivants ont désapprouvé la transformation de la recommandation en Norme internationale :

Hongrie
Italie

Cuivres non alliés à teneur en cuivre supérieure ou égale à 99,90 % – Dosage du cuivre – Méthode électrolytique

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme internationale spécifie une méthode électrolytique de dosage du cuivre dans les cuivres non alliés dont la teneur en cuivre est supérieure ou égale à 99,90 %. L'argent éventuellement présent se dépose avec le cuivre et est assimilé à ce dernier.

La méthode est applicable aux qualités de cuivre exemptes d'éléments laissant des résidus insolubles dans la solution soumise à l'électrolyse, et à faible teneur en impuretés susceptibles de se déposer avec le cuivre au cours de l'électrolyse.

Une méthode spectrophotométrique de dosage du cuivre résiduel dans l'électrolysat, après dépôt du cuivre sur la cathode, est spécifiée dans l'annexe B.

2 RÉFÉRENCE

ISO/R 1811, *Analyse chimique du cuivre et des alliages de cuivre – Échantillonnage des formes brutes d'affinerie en cuivre.*

3 PRINCIPE

Dosage électrolytique du cuivre contenu dans une prise d'essai, après mise en solution par un mélange sulfonitrique.

4 RÉACTIFS

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

4.1 Mélange sulfonitrique, solution.

Verser, lentement et en agitant, 300 ml d'acide sulfurique, ρ 1,83 g/ml environ, dans 750 ml d'eau. Refroidir et ajouter 210 ml d'acide nitrique, ρ 1,38 g/ml environ.

5 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Source de courant.

Utiliser, de préférence, un accumulateur de 6 V. Si un redresseur est utilisé, l'emploi d'une batterie tampon supplémentaire est recommandé.

5.2 Appareillage d'électrolyse, dont les électrodes correspondent aux spécifications suivantes :

5.2.1 **Cathode en platine**, type Winkler¹⁾, constituée, de préférence, par une toile métallique ayant environ 400 mailles par centimètre carré (50 mailles par inch linéaire), composée de fils de diamètre 0,20 mm environ. La cathode doit être maintenue rigide par doublage de la toile aux extrémités du cylindre, sur une largeur de 3 mm environ, ou par renforcement de la toile aux extrémités par une bande ou un anneau en platine. Le cylindre doit avoir un diamètre de 30 à 50 mm et une hauteur de 40 à 60 mm. La tige doit être constituée par un fil en alliage de platine tel que platine-iridium, platine-rhodium ou platine-ruthénium, de diamètre 1,30 mm environ, aplati et soudé sur la longueur totale de la toile. La hauteur totale de la cathode doit être 130 mm environ. La cathode doit être dépolie au jet de sable.

5.2.2 **Anode spirale**, constituée par un fil en alliage de platine, de diamètre minimal 1 mm, enroulé en une spirale de sept tours, de hauteur 50 mm environ et de diamètre 12 mm, la hauteur totale étant 130 mm environ. La partie en spirale de l'anode doit être dépolie au jet de sable.

5.3 **Étuve électrique**, réglable à 110 °C.

6 ÉCHANTILLONNAGE

L'échantillonnage doit être effectué conformément au mode opératoire spécifié dans l'ISO/R 1811.

7 MODE OPÉRATOIRE

7.1 Prise d'essai

Peser, à 0,001 g près, 5 g de l'échantillon pour essai (voir annexe A).

7.2 Dosage

7.2.1 Introduire la prise d'essai (7.1) dans un bécher de 400 ml, forme haute, sans bec, muni d'un verre de montre le recouvrant exactement. Ajouter 45 ml du mélange sulfonitrique (4.1) et laisser reposer, durant quelques minutes, jusque vers la fin de la réaction. Chauffer à une température comprise entre 80 et 90 °C pour compléter la dissolution,

1) Il est également possible d'utiliser des cathodes en tôle de platine, pleine ou perforée.

et maintenir la solution à cette température durant 2 à 3 h, afin de chasser quantitativement les oxydes d'azote. Laver le verre de montre et les parois du bécher, et diluer la solution à 300 ml.

7.2.2 Introduire les électrodes (5.2.1 et 5.2.2) dans la solution ainsi obtenue et recouvrir le bécher avec deux demi-verres de montre, dont l'un présente deux échancrures pour laisser passer les tiges des électrodes. Effectuer l'électrolyse, sans agiter, avec une densité de courant d'environ 0,6 A par décimètre carré de surface de cathode. Lorsque la solution devient incolore, réduire la densité de courant à environ 0,3 A/dm² et laver le verre de montre, les tiges des électrodes et les parois du bécher. Continuer l'électrolyse jusqu'à dépôt total du cuivre, vérifié par l'absence de dépôt lorsqu'une nouvelle portion de la tige de l'électrode est immergée dans la solution.

7.2.3 Sans interrompre le courant, remplacer rapidement le bécher par un autre, de même capacité, contenant environ 350 ml d'eau distillée. Continuer l'électrolyse durant 15 min. Retirer la cathode et la plonger dans de l'éthanol ou du méthanol. Sécher dans l'étuve (5.3) réglée à 110 °C, durant 3 à 5 min, puis refroidir. Déterminer la masse du dépôt de cuivre métallique comme indiqué dans l'annexe A.

7.2.4 Vérifier l'absence de cuivre dans l'électrolysat par un essai colorimétrique; si la teneur en cuivre est inférieure ou égale à la teneur prescrite, doser le cuivre résiduel dans l'électrolysat conformément à la méthode spécifiée dans l'annexe B.

8 EXPRESSION DES RÉSULTATS

8.1 Mode de calcul

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

$$\frac{m_1}{m_0} \times 100$$

où

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai (7.1);

m_1 est la masse, en grammes, de cuivre déposé.

8.2 Répétabilité

Le dosage doit être effectué deux fois, et l'écart entre les résultats obtenus ne doit pas dépasser 0,015 % (m/m) de cuivre.

9 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

Le procès-verbal 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 dans le document auquel il est fait référence, ou de toutes opérations facultatives.

ANNEXE A

PESÉE DE LA PRISE D'ESSAI ET DU DÉPÔT DE CUIVRE

A.1 AVEC UNE BALANCE À DEUX PLATEAUX

En utilisant un poids marqué de 5 g, peser de 5,005 0 à 5,007 0 g de l'échantillon pour essai, cette masse constituant la prise d'essai. Peser la cathode, en plaçant le poids marqué de 5 g utilisé pour la pesée de la prise d'essai sur le même plateau de la balance que celui sur lequel est placée la cathode, et en notant les autres poids utilisés. Déduire 5 g de la masse observée pour obtenir la masse de la cathode.

Peser la cathode avec le dépôt de cuivre, en utilisant les mêmes poids que ceux utilisés pour la pesée de la cathode avant l'électrolyse, mais en supprimant le poids de 5 g utilisé sur le plateau avec la cathode.

A.2 AVEC UNE BALANCE À PLATEAU UNIQUE

Peser d'abord la cathode seule, puis, sans retirer la cathode du plateau de la balance, peser, avec précision, environ 5 g de l'échantillon pour essai, cette masse constituant la prise d'essai. Lors de la pesée ultérieure de la cathode avec le dépôt de cuivre, utiliser les mêmes poids.

La masse de la prise d'essai est égale à la différence entre la masse de la cathode avec la prise d'essai et la masse de la cathode seule.

La masse du dépôt de cuivre est égale à la différence entre la masse de la cathode avec le dépôt et la masse de la cathode seule.

ANNEXE B

DOSAGE DU CUIVRE RÉSIDUEL DANS L'ÉLECTROLYSAT – MÉTHODE SPECTROPHOTOMÉTRIQUE

B.1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente annexe spécifie une méthode spectrophotométrique de dosage du cuivre.

La méthode est applicable au dosage du cuivre résiduel dans l'électrolysat, après dépôt du cuivre sur la cathode.

B.2 PRINCIPE

Formation, à pH 8,8, du complexe cuivre-oxalyl dihydrazide en présence d'acétaldéhyde, puis mesurage spectrophotométrique du complexe à une longueur d'onde aux environs de 540 nm.

B.3 RÉACTIFS

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

B.3.1 Hydroxyde d'ammonium, solution ρ 0,091 g/ml environ.

B.3.2 Mélange sulfonitrique, solution.

Pour la préparation, voir 4.1.

B.3.3 Acide citrique, solution à 200 g/l.

B.3.4 Acétaldéhyde, solution à 40 % (m/m) dans de l'eau ou du méthanol.

B.3.5 Oxalyl dihydrazide, solution à 2,50 g/l.

Dissoudre 2,50 g d'oxalyl dihydrazide ($[\text{H}_2\text{NNH}(\text{CO})_2]_2$) dans 1 l d'eau, en chauffant très légèrement.

B.3.6 Cuivre, solution étalon à 0,01 g/l.

Dans un bécher de 150 ml, dissoudre 1 g de cuivre électrolytique dans 10 ml d'acide nitrique, ρ 1,38 g/ml environ, dilué avec un égal volume d'eau. Évaporer presque jusqu'à siccité, afin d'éliminer l'excès d'acide. Ajouter 50 ml d'eau pour dissoudre le résidu. Transvaser dans une fiole jaugée de 1 000 ml, rincer le bécher et compléter au volume avec de l'eau. Introduire 10 ml de cette solution dans une autre fiole jaugée de 1 000 ml et compléter au volume avec de l'eau.

1 ml de cette solution étalon contient 0,010 mg de Cu.

B.4 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et

B.4.1 Spectrophotomètre, approprié aux mesurages à une longueur d'onde aux environs de 540 nm.

B.5 MODE OPÉRATOIRE**B.5.1 Dosage**

Après pesée du dépôt de cuivre cathodique, concentrer l'électrolysat à 200 ml environ, refroidir et transvaser dans une fiole jaugée de 250 ml. Compléter au volume avec de l'eau.

Transvaser 10 ml de cette solution dans une fiole jaugée de 50 ml.

Ajouter, dans l'ordre suivant et en agitant après chaque ajout :

– 2 ml de la solution d'acide citrique (B.3.3);

– 11 ml de la solution d'hydroxyde d'ammonium (B.3.1);

– 10 ml de la solution d'acétaldéhyde (B.3.4);

– 10 ml de la solution d'oxalyl dihydrazide (B.3.5).

Refroidir, compléter au volume avec de l'eau et laisser reposer durant 30 min.

Effectuer le mesurage spectrophotométrique de cette dernière solution à une longueur d'onde aux environs de 540 nm, après avoir ajusté le spectrophotomètre (B.4.1) au zéro d'absorbance par rapport au « terme zéro » de la gamme d'étalonnage.¹⁾

B.5.2 Établissement de la courbe d'étalonnage

Introduire, dans une fiole jaugée de 250 ml, 45 ml du mélange sulfonitrique (B.3.2). Compléter au volume avec de l'eau.

Introduire 10 ml de cette solution dans chaque fiole d'une série de six fioles jaugées de 50 ml.

Ajouter les quantités suivantes de la solution étalon de cuivre (B.3.6) : 0 – 1 – 2 – 3 – 4 et 5 ml, correspondant, respectivement, à 0 – 0,01 – 0,02 – 0,03 – 0,04 et 0,05 mg de Cu.

1) Le « terme zéro » de la gamme d'étalonnage correspond à l'essai à blanc des réactifs.

ISO 1553-1976 (F)

Poursuivre comme indiqué en B.5.1 (3^e et 4^e alinéas), et effectuer les mesurages spectrophotométriques des solutions témoins à une longueur d'onde aux environs de 540 nm, après avoir ajusté le spectrophotomètre (B.4.1) au zéro d'absorbance par rapport au «terme zéro» de la gamme.

Tracer la courbe d'étalonnage.

B.6 EXPRESSION DES RÉSULTATS

Déduire, de la courbe d'étalonnage, la masse de cuivre résiduel dans l'électrolysat.

B.7 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 1553:1976](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fa86534f-63ef-49e7-ab52-355c41b7bb01/iso-1553-1976)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fa86534f-63ef-49e7-ab52-355c41b7bb01/iso-1553-1976>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1553:1976

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fa86534f-63ef-49e7-ab52-355c41b7bb01/iso-1553-1976>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1553:1976

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fa86534f-63ef-49e7-ab52-355c41b7bb01/iso-1553-1976>