
NORME INTERNATIONALE



1812

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

Alliages de cuivre — Dosage du fer — Méthode spectrophotométrique à la phénanthroline-1,10

Copper alloys — Determination of iron content — 1,10-Phenanthroline spectrophotometric method

iTeh STANDARD PREVIEW

Première édition — 1976-11-15

(standards.iteh.ai)

[ISO 1812:1976](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/08df2149-3440-46bd-9cbc-61b03e08cbc2/iso-1812-1976)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/08df2149-3440-46bd-9cbc-61b03e08cbc2/iso-1812-1976>



CDU 669.3 : 546.72 : 543.42

Réf. n° : ISO 1812-1976 (F)

Descripteurs : alliage de cuivre, analyse chimique, dosage, fer, 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 1812-1971 peut, du point de vue technique, être transformée. La présente Norme internationale remplace donc la Recommandation ISO/R 1812-1971, à laquelle elle est techniquement identique.

Les comités membres des pays suivants avaient désapprouvé la Recommandation ISO/R 1812 :

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

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

Alliages de cuivre — Dosage du fer — Méthode spectrophotométrique à la phénanthroline-1,10

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme internationale spécifie une méthode spectrophotométrique à la phénanthroline-1,10 pour le dosage du fer dans les alliages de cuivre.

La méthode est applicable à la détermination de teneurs en fer inférieures ou égales à 0,4 % (*m/m*), dans tous les alliages de cuivre couverts par des publications ISO.

2 RÉFÉRENCE

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

3 PRINCIPE

Extraction du fer contenu dans une prise d'essai, sous forme de complexe chloro-fer(III), par la méthyl-isobutyl-cétone, puis mesurage spectrophotométrique du complexe fer(II)-phénanthroline-1,10 à une longueur d'onde correspondant au maximum d'absorption.

4 RÉACTIFS

Au cours de l'analyse, n'utiliser que des réactifs de qualité analytique reconnue, et que de l'eau distillée ou déionisée. Pour le dosage du fer à une teneur inférieure à 0,01 % (*m/m*), utiliser de l'eau bidistillée.

4.1 Méthyl-isobutyl-cétone.

4.2 Peroxyde d'hydrogène, solution à 30 % (*m/m*).

4.3 Acide chlorhydrique, dilué à 7 + 3 (*V + V*).

Mélanger 70 ml d'acide chlorhydrique, ρ 1,19 g/ml environ, avec 30 ml d'eau.

4.4 Acide chlorhydrique, dilué à 1 + 1 (*V + V*).

Mélanger 50 ml d'acide chlorhydrique, ρ 1,19 g/ml environ, avec 50 ml d'eau.

4.5 Acide ascorbique, solution à 10 g/l.

Dissoudre 5 g d'acide ascorbique dans de l'eau et diluer à 500 ml.

Cette solution reste stable durant 3 ou 4 jours.

4.6 Phénanthroline-1,10, solution tamponnée.

Dans une fiole jaugée de 500 ml, mélanger 1 g de chlorhydrate de phénanthroline-1,10 monohydraté ($C_{12}H_8N_2 \cdot HCl \cdot H_2O$) avec 215 ml d'acide acétique cristallisable, puis ajouter, tout en refroidissant, 265 ml d'une solution d'hydroxyde d'ammonium, ρ 0,91 g/ml environ. Le pH de cette solution doit être de $6,5 \pm 0,1$. Si nécessaire, ajuster le pH par addition de solution d'hydroxyde d'ammonium ou d'acide acétique cristallisable, puis diluer à 500 ml.

Cette solution est stable.

4.7 Fer, solution mère (1 ml $\hat{=}$ 0,1 mg de Fe).

Dissoudre $0,1 \pm 0,01$ g de fer de haute pureté dans 20 ml d'acide chlorhydrique, ρ 1,19 g/ml environ, et diluer à 1 l.

4.8 Fer, solution étalon (1 ml $\hat{=}$ 10 mg de Fe).

Diluer 50 ml de la solution mère de fer (4.7) à 500 ml.

5 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Spectrophotomètre, équipé de cuves de 2 cm de parcours optique.

NOTE — Toute la verrerie de laboratoire doit être rincée avec de la solution d'acide chlorhydrique (4.4) chaud, jusqu'à ce que les parois soient exemptes de fer.

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.

7.2 Essai à blanc

Effectuer, parallèlement au dosage et en suivant le même mode opératoire, un essai à blanc en employant les mêmes quantités de tous les réactifs que celles utilisées pour le dosage, mais en omettant la prise d'essai.

7.3 Dosage

7.3.1 Dissoudre la prise d'essai (7.1) dans 40 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.3) et 40 ml de la solution de peroxyde d'hydrogène (4.2), ajoutés par petites quantités, dans un bécher. Refroidir jusqu'à cessation de la réaction violente. Après dissolution complète de la prise d'essai, porter la solution à l'ébullition et maintenir celle-ci durant 2 min environ¹⁾, afin d'éliminer l'excès de peroxyde d'hydrogène, puis refroidir.

7.3.1.1 TENEURS EN FER INFÉRIEURES À 0,004 % (m/m)

Introduire la solution refroidie dans une ampoule à décanter de 250 ml, en lavant le bécher avec de la solution d'acide chlorhydrique (4.4).

7.3.1.2 TENEURS EN FER COMPRISES ENTRE 0,003 ET 0,04 % (m/m)

Diluer la solution à 250 ml avec de la solution d'acide chlorhydrique (4.4) et introduire 25,0 ml de cette solution diluée dans une ampoule à décanter.

7.3.1.3 TENEURS EN FER COMPRISES ENTRE 0,03 ET 0,4 % (m/m)

Diluer la solution à 500 ml avec de l'eau, introduire 5,0 ml de cette solution diluée dans une ampoule à décanter et ajouter 20 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.4). Laisser reposer jusqu'à disparition de toute turbidité.

7.3.2 Ajouter 20 ml de la méthyl-isobutyl-cétone (4.1) dans l'ampoule à décanter et secouer durant 15 s. Laisser les phases se séparer, rejeter la phase aqueuse et laver la phase organique trois fois, avec 20 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.4), jusqu'à ce qu'elle soit exempte de cuivre. Dans le cas où les phases ne se séparent qu'avec difficulté, la séparation sera accélérée par addition de 2 ml d'essence (point d'ébullition compris entre 40 et 100 °C) à l'émulsion des phases, sans effectuer d'autre agitation. Extraire de nouveau le fer de la phase organique, en agitant vigoureusement durant 20 s, deux fois avec deux quantités successives de 10 ml de la solution d'acide ascorbique (4.5).

7.3.3 Transvaser les phases aqueuses dans une fiole jaugée de 50 ml et mélanger avec 5,0 ml de la solution tamponnée de phénanthroline-1,10 (4.6). Compléter au volume, et effectuer, en moins de 30 min, les mesurages spectrophotométriques de la solution d'essai et de celle de l'essai à blanc à une longueur d'onde correspondant au maximum d'absorption (généralement 510 nm, mais des variations peuvent se produire), après avoir ajusté le spectrophotomètre (5.1) au zéro d'absorbance par rapport à l'eau.

7.4 Établissement de la courbe d'étalonnage

Au moyen de pipettes, introduire, dans une série de fioles jaugées de 50 ml, des quantités de la solution étalon de fer (4.8) échelonnées de 0 à 20 ml, correspondant, respectivement, à 0 à 200 µg de Fe. Ajouter, dans chaque fiole, 20 ml de la solution d'acide ascorbique (4.5) et homogénéiser. Laisser reposer durant 1 min, puis ajouter 5 ml de la solution tamponnée de phénanthroline-1,10 (4.6). Compléter au volume et effectuer les mesurages spectrophotométriques des solutions témoins après avoir ajusté le spectrophotomètre (5.1) au zéro d'absorbance par rapport à l'eau, comme décrit en 7.3.3, dans des cuves de 2 cm de parcours optique, et tracer la courbe d'étalonnage.

8 EXPRESSION DES RÉSULTATS

Au moyen de la courbe d'étalonnage, convertir les mesures spectrophotométriques de la solution d'essai et de celle de l'essai à blanc en microgrammes de fer.

La teneur en fer est donnée, en pourcentage en masse, par l'une des formules

$m \times 0,000\ 02$ [dans le cas de teneurs inférieures à 0,004 % (m/m)];

$m \times 0,000\ 2$ [dans le cas de teneurs comprises entre 0,003 et 0,04 % (m/m)];

$m \times 0,002$ [dans le cas de teneurs comprises entre 0,03 et 0,4 % (m/m)].

où m est la masse, en microgrammes, de fer trouvée dans la partie aliquote prélevée de la solution d'essai, corrigée pour l'essai à blanc.

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.

1) Dans le cas d'alliages particulièrement riches en silicium, tels que les alliages cupro-silicium, ajouter 50 gouttes d'une solution d'acide fluorhydrique à 40 % (m/m); dans ce cas, utiliser un bécher en polytétrafluoréthylène ou en matériau analogue, ou une capsule en platine. Lorsque la dissolution est complète, transvaser la solution dans de la verrerie dans laquelle les opérations suivantes pourront être effectuées.