
NORME INTERNATIONALE 3220

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

Cuivre et alliages de cuivre — Dosage de l'arsenic — Méthode photométrique

Copper and copper alloys — Determination of arsenic — Photometric method

iTeh STANDARD PREVIEW
Première édition — 1975-07-01
(standards.iteh.ai)

[ISO 3220:1975](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7083b5a1-3c9c-48e4-bd8d-80e0cc58e320/iso-3220-1975)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7083b5a1-3c9c-48e4-bd8d-80e0cc58e320/iso-3220-1975>

CDU 669.3 : 546.19

Réf. n° : ISO 3220-1975 (F)

Descripteurs : cuivre, alliage de cuivre, analyse chimique, dosage, arsenic, 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.

La Norme Internationale ISO 3220 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 26, *Cuivre et alliages de cuivre*, et soumise aux Comités Membres en juin 1973.

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Elle a été approuvée par les Comités Membres des pays suivants : 3220:1975

Afrique du Sud, Rép. d'	Finlande	Royaume-Uni
Allemagne	France	Suède
Australie	Irlande	Suisse
Autriche	Japon	Thaïlande
Belgique	Mexique	Turquie
Bulgarie	Norvège	U.S.A.
Canada	Nouvelle-Zélande	Yougoslavie
Chili	Pologne	
Égypte, Rép. arabe d'	Roumanie	

Aucun Comité Membre n'a désapprouvé le document.

Cuivre et alliages de cuivre — Dosage de l'arsenic — Méthode photométrique

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie une méthode photométrique pour le dosage de l'arsenic dans le cuivre et les alliages de cuivre.

La méthode est applicable au dosage de l'arsenic comme élément d'alliage ou impureté dans le cuivre et tous les types d'alliages de cuivre énumérés dans les Recommandations ou Normes Internationales ISO.

2 PRINCIPE

Extraction par le benzène de l'arsenic en solution chlorhydrique, bromhydrique et perchlorique. Après réextraction par l'eau, dosage par photométrie sous forme de bleu de molybdène.

Les quantités, en milligrammes, de phosphore et de silicium, n'interfèrent pas.

3 RÉACTIFS

Tous les réactifs doivent être de pureté analytique. De l'eau distillée ou désionisée doit être utilisée.

3.1 Benzène.

3.2 Acide chlorhydrique, ρ 1,19 g/ml.

3.3 Acide bromhydrique, ρ 1,5 g/ml.

3.4 Acide perchlorique, ρ 1,67 g/ml.

3.5 Acide chlorique.

3.6 Acide chlorhydrique, 6 N.

Diluer 100 ml d'acide chlorhydrique (ρ 1,19 g/ml) dans 100 ml d'eau.

3.7 Acide sulfurique, solution.

Diluer 95 ml d'acide sulfurique (ρ 1,84 g/ml) dans 2 000 ml d'eau.

3.8 Acide ascorbique, solution

Dissoudre 2 g d'acide ascorbique dans 100 ml d'eau; utiliser une solution fraîchement préparée.

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

3.10 Permanganate de potassium, solution 0,1 N.

3.11 Molybdate, solution.

Dissoudre 0,95 g d'heptamolybdate d'ammonium $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ dans 200 ml de l'acide sulfurique (3.7); utiliser une solution fraîchement préparée.

3.12 Arsenic, solution mère.

Dissoudre dans un bécher en polyéthylène, 132 mg d'oxyde d'arseniate (As_2O_3) avec 10 ml d'hydroxyde de sodium (NaOH), 1 N, ajouter 12,5 ml d'acide chlorhydrique (HCl), 1 N, diluer dans une fiole jaugée de 250 ml avec de l'eau et amener au trait de jauge.

3.13 Arsenic, solution étalon.

Ajouter 25 ml de la solution mère d'arsenic (3.12) dans une fiole jaugée de 500 ml, 20 ml de l'acide chlorhydrique (3.1) et diluer avec de l'eau au trait de jauge. (1 ml est équivalent à 20 μg d'arsenic.)

4 APPAREILLAGE

4.1 Matériel courant de laboratoire.

4.2 Photomètre.

5 ÉCHANTILLONNAGE

Procéder à l'échantillonnage conformément aux prescriptions de l'ISO ... 1)

6 MODE OPÉRATOIRE

Masse de la prise d'essai pour teneurs en arsenic inférieures à 0,02 % : 2,00 g

1) En préparation.

Masse de la prise d'essai pour teneurs en arsenic comprises entre 0,02 et 0,8 % : 0,500 g

Dissoudre la prise d'essai dans une fiole conique de 100 ml, avec 20 ml de l'acide chlorhydrique (3.6) en ajoutant par petites quantités un volume total de 10 ml du peroxyde d'hydrogène (3.9). Refroidir la solution pendant cette opération. Compléter la dissolution en chauffant doucement.

Pour les teneurs en arsenic inférieures à 0,02 % (masse de la prise d'essai : 2 g) évaporer la solution à environ 3 ml; pour les teneurs en arsenic comprises entre 0,02 et 0,08 % (masse de la prise d'essai : 0,5 g), évaporer à environ 5 ml.

Si les teneurs présumées en arsenic sont comprises entre 0,08 et 0,8 % (masse de la prise d'essai : 0,5 g), transvaser la solution dans une fiole jaugée de 50 ml et diluer au trait de jauge avec de l'eau. Si les teneurs en arsenic sont comprises entre 0,08 et 0,4 %, prélever une partie aliquote de 10 ml; si elles sont comprises entre 0,4 et 0,8 %, prélever une partie aliquote de 5 ml et la transvaser dans un bécher de 100 ml. Dans ces deux derniers cas, ajouter 1 ml du peroxyde d'hydrogène (3.9) ou 1 ml de l'acide chlorique (3.5) et évaporer à 3 ml environ.

Après refroidissement à température ambiante, transvaser la solution évaporée dans une ampoule à décanter de 100 ml contenant 20 ± 2 ml de l'acide chlorhydrique (3.2), ajouter 5 ml de l'acide bromhydrique (3.3). Après addition de 10 ml de l'acide perchlorique (3.4), extraire l'arsenic présent avec 25 ml du benzène (3.1) en agitant vigoureusement durant 1 min. Après séparation des phases, soutirer la phase aqueuse et la rejeter.

Laver la phase benzénique en agitant avec 10 ml de l'acide chlorhydrique (3.2) durant 30 s, et rejeter la phase aqueuse obtenue à nouveau.

Réextraire l'arsenic de la phase benzénique en l'agitant vigoureusement avec 25 ml d'eau durant 1 min. Soutirer la phase aqueuse dans une fiole jaugée de 100 ml, ajouter 1 ml de la solution de permanganate de potassium (3.10) et chauffer à environ 60°C (oxydation de l'arsenic).

Après refroidissement, ajouter 10 ml de la solution de molybdate (3.11) et 10 ml de la solution d'acide ascorbique (3.8), agiter après chaque addition. Chauffer jusqu'à ébullition et maintenir à cette température durant $2 \text{ min} \pm 15 \text{ s}$. Après refroidissement à environ 20°C , diluer au trait de jauge avec de l'eau et bien homogénéiser. Mesurer la solution obtenue colorée en bleu à l'aide du photomètre (4.2), à une longueur d'onde de 840 nm (maximum d'absorption), en utilisant des cuves de 2 cm pour des teneurs en arsenic allant jusqu'à $150 \mu\text{g}$.

Si les quantités en arsenic sont comprises entre 150 et $300 \mu\text{g}$, utiliser des cuves de 1 cm et mesurer à la même longueur d'onde. Si la quantité en arsenic dépasse $300 \mu\text{g}$, on peut mesurer à 578 nm (raie de mercure) en utilisant des cuves de 1 cm par rapport à l'eau. La coloration de la solution est stable pendant plusieurs heures.

Déterminer le blanc de tous les réactifs en suivant les

mêmes conditions que celles pour l'analyse, et corriger les résultats mesurés.

Établir la gamme d'étalonnage comme suit :

Dans un bécher de 400 ml, dissoudre 5,00 g de cuivre exempt d'arsenic avec 50 ml de l'acide chlorhydrique (3.6) en ajoutant une quantité totale de 25 ml du peroxyde d'hydrogène (3.9) comme prescrit ci-dessus. Après refroidissement, transvaser la solution obtenue dans une fiole jaugée de 100 ml et diluer au trait de jauge avec de l'eau.

Prélever, à la pipette, de cette solution, 5 ml et les introduire dans chacun de six béchers de 100 ml et ajouter respectivement 0, 2, 4, 8, 15 et 20 ml de la solution étalon d'arsenic (3.13) contenant respectivement 0, 40, 80, 160, 300 et $400 \mu\text{g}$ d'arsenic. Ajouter à chacun 1 ml de la solution de peroxyde d'hydrogène (3.9) ou 1 ml de l'acide chlorique (3.5) et évaporer à environ 3 ml. Suivre le mode opératoire indiqué ci-dessus et mesurer la couleur conformément aux trois conditions suivantes :

a) 840 nm, cuves de 2 cm

b) 840 nm, cuves de 1 cm

c) 578 nm, cuves de 1 cm

Chaque courbe d'étalonnage obtenue est rectiligne.

7 EXPRESSION DES RÉSULTATS

Déduire de la courbe d'étalonnage appropriée la valeur de l'arsenic, en microgrammes, correspondant à la valeur d'absorbance mesurée et calculer la teneur en arsenic, en pourcentage en masse, comme suit :

$$\text{Pour la prise d'essai de 2 g : As \% (m/m) = } \frac{m}{20\,000}$$

pour la prise aliquote de 10 ml de la prise d'essai de

$$0,5 \text{ g : As \% (m/m) = } \frac{m}{1\,000}$$

pour la prise aliquote de 5 ml de la prise d'essai de

$$0,5 \text{ g : As \% (m/m) = } \frac{m}{500}$$

où m est la masse, en microgrammes, d'arsenic.

8 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

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

- la référence de la méthode employée;
- les résultats, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;
- tous les détails particuliers éventuels relevés au cours de l'essai;
- toutes les opérations non prévues, ou facultatives.