
NORME INTERNATIONALE 3980

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

Aluminium et alliages d'aluminium — Dosage du cuivre — Méthode par spectrophotométrie d'absorption atomique

Aluminium and aluminium alloys — Determination of copper — Atomic absorption spectrophotometric method

Première édition — 1977-02-01

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 3980:1977](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/af99e53d-9075-44da-9f37-ba506f1445fd/iso-3980-1977)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/af99e53d-9075-44da-9f37-ba506f1445fd/iso-3980-1977>

CDU 669.71 : 546.56 : 543.422

Réf. n° : ISO 3980-1977 (F)

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

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.

La Norme internationale ISO 3980 a été établie par le comité technique ISO/TC 79, *Métaux légers et leurs alliages*, et a été soumise aux comités membres en novembre 1975.

Elle a été approuvée par les comités membres des pays suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	Inde	Royaume-Uni
Allemagne	Italie	Suisse
Autriche	Japon	Tchécoslovaquie
Belgique	Mexique	Turquie
Corée, Rép. de	Norvège	U.R.S.S.
Espagne	Pologne	U.S.A.
France	Portugal	Yougoslavie
Hongrie	Roumanie	

Le comité membre du pays suivant a désapprouvé le document pour des raisons techniques :

Australie

Aluminium et alliages d'aluminium – Dosage du cuivre – Méthode par spectrophotométrie d'absorption atomique

1 OBJET

La présente Norme internationale spécifie une méthode de dosage du cuivre par spectrophotométrie d'absorption atomique dans l'aluminium et ses alliages.

2 DOMAINE D'APPLICATION

La méthode est applicable aux teneurs en cuivre (Cu) comprises entre 0,005 et 5 % (*m/m*).

3 PRINCIPE

Mise en solution d'une prise d'essai par l'acide chlorhydrique et le peroxyde d'hydrogène. Pulvérisation de cette solution au sein d'une flamme air-acétylène (ou protoxyde d'azote-acétylène) de l'appareil d'absorption atomique.

L'absorption de l'énergie de résonance du cuivre (longueur d'onde 324,7 nm en général) est comparée à celles des solutions étalons.

4 RÉACTIFS

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

4.1 Acide chlorhydrique, ρ 1,1 g/ml environ, solution à 20 % (*m/m*) environ.

Diluer 500 ml d'acide chlorhydrique, ρ 1,19 g/ml environ, solution à 38 % (*m/m*) environ, avec 500 ml d'eau.

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

4.3 Acide sulfurique, ρ 1,48 g/ml environ, solution à 58 % (*m/m*) environ.

En agitant et en refroidissant, ajouter 50 ml d'acide sulfurique, ρ 1,84 g/ml environ, à 96 % (*m/m*) environ, à 40 ml d'eau. Refroidir à nouveau; puis compléter au volume dans une fiole jaugée de 100 ml et homogénéiser.

4.4 Acide fluorhydrique, ρ 1,13 g/ml environ, solution à 40 % (*m/m*) environ.

4.5 Acide nitrique, ρ 1,4 g/ml environ, solution à 68 % (*m/m*) environ.

4.6 Aluminium, solution de base à 20 g/l.

Peser, à 0,01 g près, 20 g d'aluminium exempt de cuivre (pureté $\geq 99,99$ %) préalablement décapé; les introduire dans un bécher de 1 000 ml, par exemple, et couvrir. Ajouter, par petites fractions, 600 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.1) et, éventuellement, une goutte de mercure métallique pour faciliter l'attaque. Si nécessaire, chauffer modérément pour faciliter la dissolution; ajouter ensuite quelques gouttes de la solution de peroxyde d'hydrogène (4.2) et faire bouillir durant quelques minutes pour éliminer l'excès de peroxyde d'hydrogène. Après refroidissement, transvaser quantitativement la solution ainsi obtenue dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser.

50 ml de cette solution contiennent 1 g d'aluminium et 30 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.1).

5 ml de cette solution contiennent 0,1 g d'aluminium et 3 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.1).

2 ml de cette solution contiennent 0,04 g d'aluminium et 1,2 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.1).

4.7 Cuivre, solution étalon correspondant à 0,1 g de Cu par litre.

Introduire $1 \pm 0,001$ g de cuivre électrolytique (pureté $\geq 99,95$ %) dans un bécher de 250 ml, par exemple, et couvrir. Ajouter 5 ml d'eau et 5 ml de la solution d'acide nitrique (4.5), et chauffer modérément jusqu'à dissolution complète et début de cristallisation. Compléter avec de l'eau, chauffer, si nécessaire, pour parfaire la dissolution des sels. Refroidir, transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

Introduire 100,0 ml de cette solution dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

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

4.8 Cuivre, solution étalon correspondant à 0,01 g de Cu par litre.

Introduire 10,0 ml de la solution étalon de cuivre (4.7) dans une fiole jaugée de 100 ml, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 0,01 mg de Cu.

5 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Burette, graduée en 0,05 ml.

5.2 Spectrophotomètre d'absorption atomique, muni d'un brûleur alimenté en air comprimé ou protoxyde d'azote, et acétylène.

5.3 Lampe à cathode creuse au cuivre.

6 ÉCHANTILLONNAGE

6.1 Échantillon pour laboratoire¹⁾

6.2 Échantillon pour essai

Des copeaux d'épaisseur inférieure ou égale à 1 mm doivent être obtenus par fraisage ou perçage.

7 MODE OPÉRATOIRE

7.1 Prise d'essai

Peser, à 0,001 g près, 1 g de l'échantillon pour essai (6.2).

7.2 Établissement de la courbe d'étalonnage

7.2.1 Préparation des solutions étalons

7.2.1.1 TENEURS EN CUIVRE COMPRIS ENTRE 0,005 ET 0,05 %

Dans une série de sept fioles jaugées de 100 ml, introduire les volumes des solutions étalons de cuivre (4.7 et 4.8) indiqués dans le tableau 1 à l'aide de la burette (5.1). Ajouter dans chaque fiole 50 ml de la solution d'aluminium (4.6), compléter au volume et homogénéiser.

TABLEAU 1

Solution étalon de cuivre (4.8)	Masse correspondante de cuivre	Masse correspondante d'aluminium	Cuivre dans l'échantillon
ml	mg	g	% (m/m)
0*	0	1	0
5	0,05	1	0,005
10	0,10	1	0,01
20	0,20	1	0,02
Solution étalon de cuivre (4.7)			
ml			
3	0,30	1	0,03
4	0,40	1	0,04
5	0,50	1	0,05

* Essai à blanc des réactifs de la courbe d'étalonnage.

NOTE — Si nécessaire, amplifier de façon adéquate le signal du spectrophotomètre.

7.2.1.2 TENEURS EN CUIVRE COMPRIS ENTRE 0,05 ET 0,5 %

Dans une série de sept fioles jaugées de 100 ml, introduire les volumes des solutions étalons de cuivre (4.7 et 4.8) indiqués dans le tableau 2 à l'aide de la burette (5.1). Ajouter dans chaque fiole 5 ml de la solution d'aluminium (4.6), compléter au volume et homogénéiser.

TABLEAU 2

Solution étalon de cuivre (4.8)	Masse correspondante de cuivre	Masse correspondante d'aluminium	Cuivre dans l'échantillon
ml	mg	g	% (m/m)
0*	0	0,1	0
5	0,05	0,1	0,05
10	0,10	0,1	0,10
20	0,20	0,1	0,20
Solution étalon de cuivre (4.7)			
ml			
3	0,30	0,1	0,30
4	0,40	0,1	0,40
5	0,50	0,1	0,50

* Essai à blanc des réactifs de la courbe d'étalonnage.

NOTE — Si nécessaire, amplifier de façon adéquate le signal du spectrophotomètre.

7.2.1.3 TENEURS EN CUIVRE COMPRIS ENTRE 0,5 ET 5 %

Dans une série de sept fioles jaugées de 100 ml, introduire les volumes de la solution étalon de cuivre (4.7) indiqués dans le tableau 3, à l'aide de la burette (5.1). Ajouter dans chaque fiole 2 ml de la solution d'aluminium (4.6), compléter au volume et homogénéiser.

TABLEAU 3

Solution étalon de cuivre (4.7)	Masse correspondante de cuivre	Masse correspondante d'aluminium	Cuivre dans l'échantillon
ml	mg	g	% (m/m)
0*	0	0,04	0
2	0,2	0,04	0,5
4	0,4	0,04	1,0
7	0,7	0,04	1,75
10	1,0	0,04	2,5
15	1,5	0,04	3,75
20	2,0	0,04	5,0

* Essai à blanc des réactifs de la courbe d'étalonnage.

NOTE — Si nécessaire, amplifier de façon adéquate le signal du spectrophotomètre.

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

7.2.2 Mesures spectrophotométriques et tracé des courbes d'étalonnage

Pulvériser, au sein de la flamme, les solutions étalons et mesurer l'intensité des radiations non absorbées à une longueur d'onde aux environs de 324,7 nm. Puis tracer les courbes d'étalonnage.

7.3 Dosage

7.3.1 Préparation de la solution d'essai

Placer la prise d'essai (7.1) dans un bécher de 250 ml, par exemple, et couvrir. Ajouter environ 30 à 40 ml d'eau, puis, par petites fractions, 30 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.1), en chauffant modérément si nécessaire, pour parfaire la dissolution. Ajouter quelques gouttes de la solution de peroxyde d'hydrogène (4.2) et chauffer durant environ 10 min pour éliminer l'excès de peroxyde d'hydrogène. Filtrer si nécessaire.

NOTE — En présence de teneurs en silicium supérieures à 1 %, procéder comme suit :

Placer le filtre contenant le silicium dans un creuset en platine et l'incinérer en prenant soin de ne pas l'enflammer, puis calciner à environ 550 °C. Après refroidissement, ajouter 2 ml de la solution d'acide sulfurique (4.3), 5 ml de la solution d'acide fluorhydrique (4.4) et, goutte à goutte, de l'acide nitrique (4.5) jusqu'à l'obtention d'une solution limpide (1 ml environ). Évaporer à sec et calciner à nouveau, à environ 700 °C, durant quelques minutes, pour volatiliser complètement le silicium. Après refroidissement, mettre en solution la matière non volatile avec la plus petite quantité possible de la solution d'acide chlorhydrique (4.1), filtrer si nécessaire et ajouter quantitativement ce filtrat au filtrat précédent.

7.3.1.1 TENEURS EN CUIVRE COMPRISES ENTRE 0,005 ET 0,05 %

Transvaser quantitativement la solution (7.3.1) dans une fiole jaugée de 100 ml, compléter au volume et homogénéiser.

Utiliser la courbe d'étalonnage 7.2.1.1.

7.3.1.2 TENEURS EN CUIVRE COMPRISES ENTRE 0,05 ET 0,5 %

Transvaser quantitativement la solution (7.3.1) dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser.

Utiliser la courbe d'étalonnage 7.2.1.2.

7.3.1.3 TENEURS EN CUIVRE COMPRISES ENTRE 0,5 ET 5 %

Transvaser quantitativement la solution (7.3.1) dans une fiole jaugée de 500 ml, compléter au volume et homogénéiser. Puis introduire 100,0 ml de la solution obtenue dans une autre fiole jaugée de 500 ml, compléter au volume et homogénéiser.

Utiliser la courbe d'étalonnage 7.2.1.3.

8 EXPRESSION DES RÉSULTATS

Au moyen des courbes d'étalonnage, déterminer la quantité de cuivre correspondant aux mesures spectrophotométriques de la solution d'essai et de la solution de l'essai à blanc.

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

$$\frac{(m_1 - m_2) \times R}{m_0 \times 10}$$

où

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai (1 g);

m_1 est la masse, en milligrammes, de cuivre trouvé dans la solution d'essai (totalité ou partie aliquote) soumise aux lectures spectrophotométriques;

R est le rapport entre le volume de la dilution de la totalité de la prise d'essai (100, 1 000 ou 2 500 ml), et le volume des solutions étalons prélevées (100 ml).

9 INTERVALLE DE CONFIANCE DES RÉSULTATS

[En cours d'étude.]

10 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 toutes opérations facultatives.

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3980:1977

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/af99e53d-9075-44da-9f37-ba506f1445fd/iso-3980-1977>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3980:1977

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/af99e53d-9075-44da-9f37-ba506f1445fd/iso-3980-1977>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3980:1977

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/af99e53d-9075-44da-9f37-ba506f1445fd/iso-3980-1977>