
NORME INTERNATIONALE



3981

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

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

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

iTeh STANDARD PREVIEW

Première édition — 1977-02-01

(standards.iteh.ai)

[ISO 3981:1977](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5ade9456-020b-4a8f-9d73-e6e6b5950498/iso-3981-1977)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5ade9456-020b-4a8f-9d73-e6e6b5950498/iso-3981-1977>

CDU 669.71 : 546.74 : 543.422

Réf. n° : ISO 3981-1977 (F)

Descripteurs : aluminium, alliage d'aluminium, analyse chimique, dosage, nickel, 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 3981 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 nickel — Méthode par spectrophotométrie d'absorption atomique

1 OBJET

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

2 DOMAINE D'APPLICATION

La méthode est applicable aux teneurs en nickel (Ni) comprises entre 0,005 et 3 % (*m/m*).

3 PRINCIPE

Mise en solution d'une prise d'essai en milieu acide chlorhydrique. Pulvérisation de cette solution au sein d'une flamme air-acétylène de l'appareil d'absorption atomique.

L'absorption de l'énergie de résonance du nickel (longueur d'onde 232,0 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, solution 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 nickel (pureté $\geq 99,99$ %), préalablement décapé, les introduire dans une fiole conique de 1 000 ml (par exemple). 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).

4.7 Nickel, solution étalon correspondant à 0,125 g de Ni par litre.

Introduire 0,1 \pm 0,000 1 g de nickel pur (pureté $\geq 99,8$ %) dans un bêcher de 400 ml (par exemple). Ajouter 50 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.1) et couvrir avec un verre de montre. Ajouter ensuite quelques gouttes de la solution de peroxyde d'hydrogène (4.2) et chauffer modérément, si nécessaire, jusqu'à complète dissolution du nickel. Puis faire bouillir durant quelques minutes pour éliminer l'excès de peroxyde d'hydrogène, refroidir, compléter au volume dans une fiole jaugée de 1 000 ml et homogénéiser.

Introduire 25,0 ml de cette solution dans une fiole jaugée de 200 ml, compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 0,125 mg de Ni.

4.8 Nickel, solution étalon correspondant à 0,025 g de Ni par litre.

Introduire 20,0 ml de la solution étalon de nickel (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 0,025 mg de Ni.

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 et acétylène.

5.3 Lampe à cathode creuse au nickel.

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 NICKEL COMPRISES ENTRE 0,005 ET 0,3 %

Dans une série de dix fioles jaugées de 100 ml, introduire les volumes des solutions étalons de nickel (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 nickel (4.8)	Masse correspondante de nickel	Masse correspondante d'aluminium	Nickel dans l'échantillon
ml	mg	g	% (m/m)
0*	0	1	0
2	0,05	1	0,005
4	0,10	1	0,010
12	0,30	1	0,030
20	0,50	1	0,050
Solution étalon de nickel (4.7)			
ml			
8	1,00	1	0,100
12	1,50	1	0,150
16	2,00	1	0,200
20	2,50	1	0,250
24	3,00	1	0,300

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

NOTE — Si nécessaire amplifier de façon adéquate le signal du spectrophotomètre pour les quatre premiers termes de la courbe, par exemple.

7.2.1.2 TENEURS EN NICKEL COMPRISES ENTRE 0,25 ET 3 %

Dans une série de huit fioles jaugées de 100 ml, introduire les volumes de la solution étalon de nickel (4.7) 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 nickel (4.7)	Masse correspondante de nickel	Masse correspondante d'aluminium	Nickel dans l'échantillon
ml	mg	g	% (m/m)
0*	0	0,1	0
2	0,25	0,1	0,25
4	0,50	0,1	0,50
8	1,00	0,1	1,00
12	1,50	0,1	1,50
16	2,00	0,1	2,00
20	2,50	0,1	2,50
24	3,00	0,1	3,00

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

7.2.2 Mesures spectrophotométriques et tracé de la courbe d'étalonnage

Pulvériser, au sein de la flamme, les solutions étalons et mesurer l'intensité des radiations non absorbées à une longueur d'onde de 232,0 nm, par exemple. Puis tracer la courbe 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.

NOTES

1 S'il est difficile d'attaquer l'échantillon avec de l'acide chlorhydrique seul, ajouter une goutte de mercure métallique.

2 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

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

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 NICKEL COMPRISES ENTRE 0,005 ET 0,3 %

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 NICKEL COMPRISES ENTRE 0,25 ET 3 %

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.

7.3.2 Mesures spectrophotométriques

Mesurer l'absorption de la solution d'essai et de l'essai à blanc respectif en suivant le même mode opératoire utilisé pour les solutions étalons.

8 EXPRESSION DES RÉSULTATS

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

La teneur en nickel, Ni, 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 nickel trouvé dans la solution d'essai soumise aux lectures spectrophotométriques;

m_2 est la masse, en milligrammes, de nickel trouvé dans la solution de l'essai à blanc;

R est le rapport entre le volume de la dilution de la prise d'essai 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.

ISO 3981:1977
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5ade7506-620b-4a8f-9d73-e6e6b5950498/iso-3981-1977>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3981:1977

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5ade9456-020b-4a8f-9d73-e6e6b5950498/iso-3981-1977>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3981:1977

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5ade9456-020b-4a8f-9d73-e6e6b5950498/iso-3981-1977>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3981:1977

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5ade9456-020b-4a8f-9d73-e6e6b5950498/iso-3981-1977>