
Norme internationale



4192

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

Aluminium et alliages d'aluminium — Dosage du plomb — Méthode par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme

Aluminium and aluminium alloys — Determination of lead content — Flame atomic absorption spectrometric method

Première édition — 1981-12-01

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 4192:1981](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5c2f52f7-c218-48fa-837a-8b92c11bcd6a/iso-4192-1981)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5c2f52f7-c218-48fa-837a-8b92c11bcd6a/iso-4192-1981>

CDU 669.71 : 543.422 : 546.815

Réf. n° : ISO 4192-1981 (F)

Descripteurs : aluminium, alliage d'aluminium, analyse chimique, dosage, plomb, 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 4192 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 79, *Métaux légers et leurs alliages*, et a été soumise aux comités membres en novembre 1980.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée : [ISO 4192:1981](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5c2f52f7-c218-48fa-837a-8b92c1892c18/iso-4192-1981)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5c2f52f7-c218-48fa-837a-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5c2f52f7-c218-48fa-837a-8b92c1892c18/iso-4192-1981)

Afrique du Sud, Rép. d'	Espagne	Roumanie 4192-1981
Allemagne, R. F.	France	Royaume-Uni
Autriche	Hongrie	Suède
Brésil	Inde	Suisse
Canada	Iraq	Tchécoslovaquie
Chine	Japon	URSS
Corée, Rép. de	Norvège	USA
Égypte, Rép. arabe d'	Pologne	

Les comités membres des pays suivants l'ont désapprouvée pour des raisons techniques :

Australie
Italie

Aluminium et alliages d'aluminium — Dosage du plomb — Méthode par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme, pour le dosage du plomb dans l'aluminium et ses alliages.

La méthode est applicable aux produits dont la teneur en plomb (Pb) est comprise entre 0,01 et 1,5 % (*m/m*).

2 Principe

Mise en solution d'une prise d'essai par un mélange d'acide nitrique et d'acide chlorhydrique. Nébulisation de la solution au sein d'une flamme air-acétylène, et comparaison de l'absorbance de l'énergie de résonance du plomb par la solution d'essai (longueur d'onde 217,0 ou 283,3 nm en général) avec celles des solutions étalons.

3 Réactifs

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

3.1 Aluminium, extra pur (pureté 99,99 %) exempt de plomb.

3.2 Acide nitrique, ρ 1,4 g/ml environ, solution à 68 % (*m/m*) ou solution à environ 15 mol/l.

3.3 Acide chlorhydrique et acide nitrique, mélange.

Mélanger avec précaution 500 ml d'eau, 375 ml d'une solution d'acide chlorhydrique [ρ 1,19 g/ml environ, solution à 38 % (*m/m*)] et 125 ml de la solution d'acide nitrique (3.2).

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

3.5 Aluminium, solution à 20 g/l.

Peser, à 0,01 g près, 10 g d'aluminium extra-pur (3.1), préalablement décapés, les introduire dans un bécher de 1 000 ml et couvrir d'un verre de montre. Ajouter, par petites fractions, 200 ml du mélange d'acide chlorhydrique et d'acide nitrique (3.3) et, si nécessaire, une goutte de mercure métallique pour

faciliter l'attaque. Si nécessaire, chauffer modérément pour faciliter la dissolution et, lorsque l'aluminium est dissous, faire bouillir jusqu'à expulsion des fumées brunes et réduction du volume de la solution à environ 100 ml. Refroidir et transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 500 ml; compléter au volume et homogénéiser.

3.6 Plomb, solution étalon correspondant à 1 g de Pb par litre.

Peser, à 0,001 g près, 1 g de plomb (pureté \geq 99,99 %); l'introduire dans un bécher de 250 ml et couvrir d'un verre de montre. Ajouter la quantité minimale (10 ml par exemple) de la solution d'acide nitrique (3.2) et chauffer modérément jusqu'à dissolution complète du plomb. Faire bouillir pendant quelques minutes pour éliminer les vapeurs nitreuses et, après refroidissement, transvaser la solution dans une fiole jaugée de 1 000 ml; compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution contient 1 mg de plomb.

3.7 Plomb, solution étalon, correspondant à 0,1 g de Pb par litre.

Transvaser 100 ml de la solution étalon de plomb (3.6) dans une fiole jaugée de 1 000 ml; compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution contient 0,1 mg de plomb.

4 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

4.1 Burette, graduée en 0,05 ml.

4.2 Spectromètre d'absorption atomique, muni d'un brûleur alimenté en air comprimé et acétylène.

4.3 Air comprimé (installation de laboratoire ou en bouteilles).

4.4 Acétylène, en bouteilles.

4.5 Lampe à cathode creuse au plomb.

5 Échantillonnage

5.1 Échantillon pour laboratoire¹⁾

5.2 Échantillon pour essai

Utiliser des copeaux d'épaisseur inférieure ou égale à 1 mm, obtenus par fraisage ou perçage.

6 Mode opératoire

6.1 Prise d'essai

Peser, à 0,001 g près, 1 g de l'échantillon pour essai (5.2).

6.2 Établissement de la courbe d'étalonnage

6.2.1 Préparation des solutions étalons

6.2.1.1 Teneurs en plomb comprises entre 0,01 et 0,10 % (m/m)

Dans une série de six fioles jaugées de 100 ml, introduire les volumes de la solution étalon de plomb (3.7) indiqués dans le tableau 1, à l'aide de la burette (4.1). Ajouter dans chaque fiole, 50 ml de la solution d'aluminium (3.5) et 5 ml de la solution d'acide nitrique (3.2); compléter au volume et homogénéiser.

Tableau 1

Solution étalon de plomb (3.7)	Masse correspondante de plomb	Teneur en plomb
ml	mg	% (m/m)
0*	0	0
1	0,1	0,01
3	0,3	0,03
5	0,5	0,05
7	0,7	0,07
10	1,0	0,10

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

6.2.1.2 Teneurs en plomb comprises entre 0,10 et 1,5 % (m/m)

Dans une série de huit fioles jaugées de 100 ml, introduire les volumes des solutions étalons de plomb (3.7 et 3.6) indiqués dans le tableau 2, à l'aide de la burette (4.1). Ajouter dans chaque fiole, 10 ml de la solution d'aluminium (3.5) et 5 ml de la solution d'acide nitrique (3.2); compléter au volume et homogénéiser.

Tableau 2

Solution étalon de plomb (3.7)	Masse correspondante de plomb	Teneur en plomb
ml	mg	% (m/m)
0*	0	0
2,0	0,2	0,10
6,0	0,6	0,30
10,0	1,0	0,50
Solution étalon de plomb (3.6)		
ml		
1,5	1,5	0,75
2,0	2,0	1,00
2,5	2,5	1,25
3,0	3,0	1,50

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

6.2.2 Mesures spectrométriques

Mettre le spectromètre (4.2) sous tension, équipé de la lampe à cathode creuse au plomb (4.5) pendant le temps nécessaire à sa stabilisation. Régler la longueur d'onde aux environs de 217,0 ou 283,3 nm ainsi que la sensibilité et la fente suivant les caractéristiques de l'appareil. Régler la pression de l'air et de l'acétylène suivant les caractéristiques du pulvérisateur brûleur de façon à obtenir une flamme oxydante, claire et non lumineuse.

Nébuliser au sein de la flamme les solutions étalons (6.2.1.1 ou 6.2.1.2) et mesurer leurs absorbances. Prendre soin de maintenir constante la quantité des solutions nébulisées dans la flamme par unité de temps, pendant toute la durée de l'exécution de la courbe d'étalonnage.

NOTES

- 1 Faire passer de l'eau dans le brûleur après chaque mesurage.
- 2 Si nécessaire, amplifier de façon appropriée le signal du spectromètre.

6.2.3 Tracé de la courbe d'étalonnage

Tracer un graphique en portant par exemple sur l'axe des abscisses, les masses, en milligrammes, de plomb contenues dans 100 ml des solutions de référence et sur l'axe des ordonnées, les valeurs correspondantes des absorbances corrigées de l'absorbance obtenue pour l'essai à blanc des réactifs de la courbe d'étalonnage (terme zéro).

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

6.3 Dosage

6.3.1 Préparation de la solution d'essai

Placer la prise d'essai (6.1) dans un bécher de 250 ml et couvrir d'un verre de montre. Ajouter, par petites fractions, 20 ml du mélange d'acide chlorhydrique et d'acide nitrique (3.3) en chauffant modérément, si nécessaire, pour parfaire la dissolution. Le bécher étant couvert, évaporer la solution à environ 10 ml et laisser refroidir. Compléter le résidu avec 25 ml d'eau et faire bouillir pour parfaire la dissolution des sels.

Si un insoluble demeure, qui dénote la présence de silicium, filtrer. Placer le papier filtre contenant les sels insolubles dans un creuset en platine et l'incinérer, en prenant soin de ne pas l'enflammer. Calciner à 550 °C environ. Après refroidissement, ajouter 5 ml de la solution d'acide fluorhydrique (3.4) et, goutte à goutte, de la solution d'acide nitrique (3.2) jusqu'à l'obtention d'une solution limpide. Évaporer jusqu'à siccité et calciner à nouveau à 700 °C environ, 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 nitrique (3.2), filtrer si nécessaire et ajouter quantitativement ce filtrat au filtrat précédent.

6.3.1.1 Teneurs en plomb comprises entre 0,01 et 0,10 % (m/m)

Transvaser quantitativement la solution d'essai (6.3.1) dans une fiole jaugée de 100 ml, ajouter 5 ml de la solution d'acide nitrique (3.2); compléter au volume et homogénéiser.

Utiliser la courbe d'étalonnage 6.2.1.1 pour cette solution.

6.3.1.2 Teneurs en plomb comprises entre 0,10 et 1,5 % (m/m)

Transvaser quantitativement la solution d'essai (6.3.1) dans une fiole jaugée de 500 ml, ajouter 25 ml de la solution d'acide nitrique (3.2); compléter au volume et homogénéiser.

Utiliser la courbe d'étalonnage 6.2.1.2 pour cette solution.

6.3.2 Essai à blanc

Effectuer, parallèlement au dosage, un essai à blanc en utilisant le même mode opératoire et la même quantité de tous les réactifs utilisés pour le dosage en remplaçant la prise d'essai par 0,5 g, pesée à 0,001 g près, d'aluminium extra pur (3.1).

6.3.3 Mesures spectrométriques

Mesurer l'absorbance de la solution d'essai (6.3.1.1 ou 6.3.1.2), celle de la solution de l'essai à blanc (6.3.2) et celles des solu-

tions de référence correspondantes (6.2.1.1 ou 6.2.1.2) en suivant le mode opératoire décrit en 6.2.2. Prendre soin d'encadrer les mesurages de la solution d'essai et ceux de l'essai à blanc respectivement par les mesurages de deux solutions de référence contenant des quantités de plomb aussi proches que possible de celles à doser.

7 Expression des résultats

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

La teneur en plomb, Pb, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

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

où

m est la masse, en milligrammes, de plomb trouvé dans la solution d'essai soumise aux lectures spectrométriques;

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

m_1 est la masse, en milligrammes, de plomb trouvé dans la solution de l'essai à blanc;

R est le rapport du volume de la dilution de la prise d'essai au volume des solutions étalons ($R = 1$ pour les solutions d'essai préparées conformément à 6.3.1.1 et $R = 5$ pour les solutions d'essai préparées conformément à 6.3.1.2).

8 Procès-verbal d'essai

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

- identification de l'échantillon;
- référence de la méthode utilisée;
- résultats, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;
- compte rendu de tous les détails particuliers relevés au cours de l'essai;
- compte rendu de toutes opérations non prévues dans la présente Norme internationale, ou de toutes opérations facultatives.

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4192:1981

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5c2f52f7-c218-48fa-837a-8b92c11bcd6a/iso-4192-1981>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4192:1981

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5c2f52f7-c218-48fa-837a-8b92c11bcd6a/iso-4192-1981>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4192:1981

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5c2f52f7-c218-48fa-837a-8b92c11bcd6a/iso-4192-1981>