
Norme internationale



4193

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

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

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

Première édition — 1981-12-01

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 4193:1981](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/20791f79-1775-4215-a414-3d4183849248/iso-4193-1981>

CDU 669.71 : 543.422 : 546.76

Réf. n° : ISO 4193-1981 (F)

Descripteurs : aluminium, alliage d'aluminium, analyse chimique, dosage, chrome, 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 4193 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 79, *Métaux légers et leurs alliages*, et a été soumise aux comités membres en décembre 1980.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée : [ISO 4193:1981](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/20791f79-1775-4215-a414-3d4183849248/iso-4193-1981)
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/20791f79-1775-4215-a414-3d4183849248/iso-4193-1981>

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

Le comité membre du pays suivant l'a désapprouvée pour des raisons techniques :

Pays-Bas

Aluminium et alliages d'aluminium — Dosage du chrome — 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 chrome dans l'aluminium et ses alliages.

La méthode est applicable aux produits dont la teneur en chrome (Cr) est comprise entre 0,003 et 0,6 % (*m/m*).¹⁾

2 Principe

Mise en solution d'une prise d'essai par l'acide chlorhydrique et le peroxyde d'hydrogène. Nébulisation de cette solution au sein d'une flamme air-acétylène ou, de préférence, monoxyde de diazote-acétylène, et comparaison de l'absorbance de l'énergie de résonance du chrome présent dans la solution d'essai (longueur d'onde 357,9 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 chrome.

3.2 Acide chlorhydrique, ρ 1,1 g/ml environ, solution à 20 % (*m/m*) ou solution à environ 6 mol/l.

Diluer 500 ml d'acide chlorhydrique, ρ 1,19 g/ml environ, solution à 38 % (*m/m*) ou solution à environ 12 mol/l, avec 500 ml d'eau.

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

3.4 Acide sulfurique, ρ 1,48 g/ml environ, solution à 58 % (*m/m*) ou solution à environ 9 mol/l.

En agitant et en refroidissant, ajouter 50 ml d'acide sulfurique, ρ 1,84 g/ml environ, solution à 96 % (*m/m*) ou solution à environ 18 mol/l, à 40 ml d'eau. Refroidir de nouveau, compléter au volume dans une fiole jaugée de 100 ml et homogénéiser.

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

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

3.7 Aluminium, solution à 20 g/l.

Peser à 0,01 g près, 20 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, 600 ml de la solution d'acide chlorhydrique (3.2) et, si nécessaire, 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 (3.3). Refroidir et transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 1 000 ml; compléter au volume et homogénéiser.

3.8 Chrome, solution étalon correspondant à 0,5 g de Cr par litre.

Peser à 0,001 g près, 1,414 g de dichromate de potassium extra-pur ($\geq 99,9$ % $K_2Cr_2O_7$) préalablement séché à 140 °C et l'introduire dans un bécher forme haute de 400 ml. Le dissoudre dans 20 ml d'eau et 10 ml de la solution d'acide chlorhydrique (3.2). Ajouter, goutte à goutte, 10 ml de la solution de peroxyde d'hydrogène (3.3) et laisser la solution reposer à température ambiante jusqu'à disparition complète de la coloration jaune (par exemple durant une demi-journée ou une journée), ce qui indique une réduction totale du chrome à l'état trivalent. Chauffer alors doucement, sans faire bouillir, pour décomposer le peroxyde d'hydrogène éventuellement restant. Transvaser la solution dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution contient 0,5 mg de chrome.

3.9 Chrome, solution étalon correspondant à 0,025 g de Cr par litre.

Introduire 25,0 ml de la solution étalon de chrome (3.8) dans une fiole jaugée de 500 ml, compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution contient 0,025 mg de chrome.

1) La méthode peut également être utilisée dans le cas de teneurs plus élevées en chrome [par exemple jusqu'à 1,5 % (*m/m*)].

3.10 Chlorure de lanthane, solution¹⁾.

Dissoudre 100 g d'oxyde de lanthane (La₂O₃) dans 200 ml d'acide chlorhydrique, ρ 1,19 g/ml environ, solution à 38 % (m/m). Transvaser quantitativement la solution dans une fiole de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser.

4 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et :

4.1 Burette, graduée en 0,05 ml.

4.2 Spectromètre d'absorption atomique, équipé d'un brûleur alimenté en air comprimé et acétylène ou en monoxyde de diazote et acétylène.

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

4.4 Monoxyde de diazote.

4.5 Acétylène.

4.6 Lampe à cathode creuse au chrome.

5 Échantillonnage

5.1 Échantillon pour laboratoire²⁾

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

Dans une série de neuf fioles jaugées de 100 ml, introduire les volumes des solutions étalons de chrome (3.9 et 3.8) indiqués dans le tableau, à l'aide de la burette (4.1). Ajouter, dans chaque fiole, 50 ml de la solution d'aluminium (3.7) et, si une flamme air-acétylène est employée et si l'opérateur le juge nécessaire, ajouter 5 ml de la solution de chlorure de lanthane (3.10). Compléter au volume et homogénéiser.

6.2.2 Mesures spectrométriques

Mettre le spectromètre (4.2) sous tension, équipé de la lampe à cathode creuse au chrome (4.5) pendant le temps nécessaire à sa stabilisation. Régler la longueur d'onde aux environs de 357,9 nm, ainsi que la sensibilité et la fente suivant les caractéristiques de l'appareil. Régler la pression de l'air et de l'acétylène ou du monoxyde de diazote-acétylène suivant les caractéristiques du pulvérisateur-brûleur.

Nébuliser au sein de la flamme les solutions étalons (6.2.1) et mesurer leurs absorbances. Prendre soin de maintenir cons-

iTeh STANDARD PREVIEW
(standard not for sale)

ISO 4193-1981
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2179/119/4193-1981>
3d4183849248

Tableau

Solution étalon de chrome (3.9)	Masse correspondante de chrome	Teneur en chrome (%) correspondante pour des prises d'essai de	
		1 g/100 ml	0,1 g/100 ml
ml	mg		
0*	0	0	0
1,0	0,025	0,002 5	
2,0	0,05	0,005	
4,0	0,10	0,010	
8,0	0,20	0,020	0,20
20,0	0,50	0,050	0,50
Solution étalon de chrome (3.8)			
ml			
2,0	1,0	0,10	1,0
3,0	1,5	0,15	1,5
4,0	2,0	0,20	2,0

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

1) L'utilisation de cette solution est facultative. Généralement, son introduction n'est pas indispensable pour éliminer l'influence de l'aluminium sur le chrome en présence de la flamme air-acétylène.

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

tante 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 pour les cinq premières lectures par exemple.

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 chrome 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).

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 environ 30 à 40 ml d'eau, puis, par petites fractions, 30 ml de la solution d'acide chlorhydrique (3.2) en chauffant modérément, si nécessaire, pour parfaire la dissolution. Ajouter quelques gouttes de peroxyde d'hydrogène (3.3) et chauffer durant 10 min environ pour éliminer l'excès de peroxyde d'hydrogène.

Si un insoluble demeure, qui dénote la présence de silicium, filtrer la solution, placer le papier filtre et les sels dans un creuset en platine et incinérer en prenant soin de ne pas l'enflammer. Calciner à 550 °C environ. Après refroidissement, ajouter 2 ml de la solution d'acide sulfurique (3.4), 5 ml de la solution d'acide fluorhydrique (3.5) et, goutte à goutte, de la solution d'acide nitrique (3.6) jusqu'à l'obtention d'une solution limpide (1 ml environ). 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 chlorhydrique (3.2), filtrer si nécessaire et ajouter quantitativement ce filtrat au filtrat précédent.

6.3.1.1 Teneurs en chrome comprises entre 0,003 et 0,20 % (m/m)

Transvaser quantitativement la solution (6.3.1) dans une fiole jaugée de 100 ml et, si une flamme air-acétylène est employée et si l'opérateur le juge nécessaire, ajouter 5 ml de la solution de chlorure de lanthane (3.10). Compléter au volume et homogénéiser.

6.3.1.2 Teneurs en chrome supérieures à 0,20 % (m/m)

Transvaser quantitativement la solution (6.3.1) dans une fiole jaugée de 100 ml, compléter au volume et homogénéiser. Introduire 10,0 ml de cette solution dans une autre fiole jaugée de 100 ml et ajouter 45 ml de la solution d'aluminium (3.7). Enfin, si une flamme air-acétylène est employée et si l'opérateur le juge nécessaire, ajouter également 5 ml de la solution de chlorure de lanthane (3.10), compléter au volume et homogénéiser.

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 (6.1) par 1 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 solutions de référence (6.2.1), en suivant le mode opératoire décrit en 6.2.2. Prendre soin d'encadrer les mesurages de l'absorbance 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 chrome aussi proches que possible de celles à doser.

7 Expression des résultats

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

La teneur en chrome, Cr, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule :

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

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

m_1 est la masse, en milligrammes, de chrome trouvé dans la solution d'essai (totalité ou partie aliquote);

m_2 est la masse, en milligrammes, de chrome 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 prélevé ($R = 1$ pour les solutions d'essai préparées conformément à 6.3.1.1 et $R = 10$ 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 :

- a) identification de l'échantillon;
- b) référence de la méthode utilisée;
- c) résultats, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;
- d) compte rendu de tous détails particuliers relevés au cours de l'essai;
- e) 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 4193:1981

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/20791f79-1775-4215-a414-3d4183849248/iso-4193-1981>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4193:1981

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/20791f79-1775-4215-a414-3d4183849248/iso-4193-1981>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4193:1981

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/20791f79-1775-4215-a414-3d4183849248/iso-4193-1981>