
NORME INTERNATIONALE 3978

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

Aluminium et alliages d'aluminium — Dosage du chrome — Méthode spectrophotométrique à la diphénylcarbazine, après extraction

*Aluminium and aluminium alloys — Determination of chromium — Spectrophotometric method using
diphenylcarbazide, after extraction*

Première édition — 1976-12-15

get full document from standards.iteh.ai

CDU 669.71 : 546.76 : 543.42

Réf. n° : ISO 3978-1976 (F)

Descripteurs : aluminium, alliage d'aluminium, analyse chimique, dosage, chrome, méthode spectrophotométrique, diphénylcarbazine.

AVANT-PROPOS

L'ISO (Organisation Internationale de Normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (Comités Membres ISO). L'élaboration des 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 3978 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 79, *Métaux légers et leurs alliages*, 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'	Hongrie	Tchécoslovaquie
Allemagne	Inde	Turquie
Australie	Italie	U.R.S.S.
Belgique	Japon	U.S.A.
Égypte, Rép. arabe d'	Mexique	Yougoslavie
Espagne	Norvège	
France	Pologne	

Les Comités Membres des pays suivants ont désapprouvé le document pour des raisons techniques :

Royaume-Uni
Suisse

Aluminium et alliages d'aluminium – Dosage du chrome – Méthode spectrophotométrique à la diphénylcarbazine, après extraction

1 OBJET

La présente Norme Internationale spécifie une méthode spectrophotométrique à la diphénylcarbazine, après extraction, pour le dosage du chrome dans l'aluminium et les alliages d'aluminium.

2 DOMAINE D'APPLICATION

La méthode est applicable aux teneurs en chrome comprises entre 0,002 et 0,60 % (m/m) de chrome (Cr).¹⁾

3 PRINCIPE

Mise en solution d'une prise d'essai par un mélange d'acide chlorhydrique, d'acide nitrique et d'acide sulfurique, et évaporation à fumées blanches de SO₃. Reprise par l'eau, filtration éventuelle de la silice insolubilisée et récupération du chrome du résidu, après évaporation de la silice.

Oxydation du Cr(III) en Cr(VI) par l'hexanitrocérate d'ammonium et extraction du Cr par la méthylisobutylcétone. Passage du Cr en solution aqueuse et formation d'un complexe coloré entre le Cr(VI) et la diphénylcarbazine.

Mesurage spectrophotométrique du complexe coloré à une longueur d'onde aux environs de 545 nm.

4 RÉACTIFS

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

4.1 Acide nitrique, ρ , 1,40 g/ml environ, solution 15 N environ.

4.2 Acide sulfurique, ρ 1,83 g/ml environ, solution 36 N environ.

4.3 Acide sulfurique, ρ 1,23 g/ml environ, solution 8 N environ.

4.4 Acide fluorhydrique, ρ 1,13 g/ml environ, solution à 40 % (m/m) ou 23 N environ.

4.5 Acide chlorhydrique, ρ 1,1 g/ml environ, solution à 20 % (m/m) ou 6 N environ.

NOTE – Au cours de l'analyse, utiliser cette solution à une température de 5 à 10 °C. Conserver la solution dans un réfrigérateur et, au cours de l'analyse, dans un bain de glace.

4.6 Acide chlorhydrique, ρ 1,01 g/ml environ, solution à 1,81 % (m/m) ou 0,5 N environ.

Diluer 84 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.5) à 1 000 ml.

NOTE – Utiliser ce réactif froid comme le réactif précédent (4.5).

4.7 Mélange acide.

Mélanger, dans un récipient de capacité convenable, 200 ml d'acide chlorhydrique, ρ 1,19 g/ml environ, solution 12 N environ, 200 ml de la solution d'acide nitrique (4.1) et 400 ml d'eau. Ajouter, avec précaution, en agitant et en refroidissant, 120 ml de la solution d'acide sulfurique (4.2). Compléter le volume à 1 000 ml, après refroidissement.

Conserver le mélange dans un récipient en verre sombre.

4.8 Hexanitrocérate d'ammonium, solution 0,04 N en Ce et 2 N en H₂SO₄.

Dissoudre 2,19 g d'hexanitrocérate d'ammonium ((NH₄)₂[Ce(NO₃)₆]) dans un peu d'eau, ajouter 25 ml de la solution d'acide sulfurique (4.3). Transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 100 ml, compléter au volume et homogénéiser.

4.9 Méthylisobutylcétone, purifiée.

Dans une ampoule à décanter de capacité convenable (par exemple 1 000 ml), placer 250 ml de méthylisobutylcétone [CH₃COCH₂CH(CH₃)₂] préalablement refroidie à 5 à 10 °C, ajouter 250 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.6) refroidie à la même température. Agiter vigoureusement durant 1 min; puis laisser se séparer les deux phases. Soutirer la phase acide et la rejeter. Recueillir la méthylisobutylcétone dans un récipient convenable.

NOTE – Le réactif doit être utilisé froid.

1) La méthode peut être étendue jusqu'à une teneur en chrome de 1,5 % (m/m).