

Transformer

ISO

ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

**RECOMMANDATION ISO
R 713**

ANALYSE CHIMIQUE DES ZINCS

DOSAGE POLAROGRAPHIQUE DU PLOMB ET DU CADMIUM

1^{ère} ÉDITION
Mai 1968

REPRODUCTION INTERDITE

Le droit de reproduction des Recommandations ISO et des Normes ISO est la propriété des Comités Membres de l'ISO. En conséquence, dans chaque pays, la reproduction de ces documents ne peut être autorisée que par l'organisation nationale de normalisation de ce pays, membre de l'ISO.

Seules les normes nationales sont valables dans leurs pays respectifs.

Imprimé en Suisse

Ce document est également édité en anglais et en russe. Il peut être obtenu auprès des organisations nationales de normalisation.

HISTORIQUE

La Recommandation ISO/R 713, *Analyse chimique des zincs – Dosage polarographique du plomb et du cadmium*, a été élaborée par le Comité Technique ISO/TC 18, *Zinc et alliages de zinc*, dont le Secrétariat est assuré par l'Institut Belge de Normalisation (IBN).

Les travaux relatifs à cette question furent entrepris par le Comité Technique en 1963 et aboutirent, en 1965, à l'adoption d'un Projet de Recommandation ISO.

En septembre 1966, ce Projet de Recommandation ISO (N° 992) fut soumis à l'enquête de tous les Comités Membres de l'ISO. Il fut approuvé, sous réserve de quelques modifications d'ordre rédactionnel, par les Comités Membres suivants :

Afrique du Sud,	Espagne	Royaume-Uni
Rép. d'	France	Suisse
Allemagne	Hongrie	Tchécoslovaquie
Argentine	Inde	Thaïlande
Belgique	Irlande	Turquie
Bésil	Italie	U.R.S.S.
Canada	Japon	U.S.A.
Chili	Norvège	Yougoslavie
Corée, Rép. de	Nouvelle-Zélande	
Corée, R.D.P. de	R.A.U.	

Un Comité Membre se déclara opposé à l'approbation du Projet :

Australie

Le Projet de Recommandation ISO fut alors soumis par correspondance au Conseil de l'ISO qui décida, en mai 1968, de l'accepter comme RECOMMANDATION ISO.



ANALYSE CHIMIQUE DES ZINCS

DOSAGE POLAROGRAPHIQUE DU PLOMB ET DU CADMIUM

1. OBJET

La présente Recommandation ISO décrit une méthode de dosage polarographique simultanée du plomb et du cadmium dans les zincs.

Cette méthode s'applique aux types suivants de zinc : Zn 99,995, Zn 99,99 et Zn 99,95*, définis dans la Recommandation ISO/R 752, *Zinc en lingots*.

Elle permet la détermination des teneurs en plomb et cadmium comprises entre 0,001 et 0,05 %.

2. PRINCIPE DE LA MÉTHODE

Détermination polarographique simultanée du plomb et du cadmium en milieu chloruré très faiblement acide.

3. RÉACTIFS

Tous les réactifs doivent être chimiquement purs pour analyse.

Pour la préparation des solutions et lors de la détermination elle-même, utiliser de l'eau distillée ou déminéralisée.

3.1 *Gaz inerte*, désoxygéné.

3.2 *Acide chlorhydrique* ($d = 1,19$), exempt de plomb et de cadmium.

S'assurer de cette pureté par l'essai suivant :

3.2.1 Prélever trois prises d'essai de 5 g d'un zinc Zn 99,995 ou d'un zinc Zn 99,99 pour moulage sous pression.

3.2.2 Attaquer les première et deuxième prises d'essai par 35 à 40 ml d'acide chlorhydrique (3.2), comme indiqué au paragraphe 6.3, à partir du paragraphe 6.3.2.

3.2.3 Pour la seconde prise d'essai, ajouter 1 ml de la solution étalon (3.9).

3.2.4 Attaquer la troisième prise d'essai par 100 ml d'acide chlorhydrique (3.2).

3.2.5 L'acide utilisé convient si les différences entre les hauteurs des vagues correspondant aux première et troisième prises d'essai sont plus petites que celles obtenues entre les hauteurs des vagues des première et deuxième prises d'essai. Si ces conditions sont satisfaites, le volume d'acide utilisé pour une mise en solution contient moins de 0,005 mg de plomb et moins de 0,005 mg de cadmium.

3.3 *Eau oxygénée* à 30 % (m/m) de H_2O_2 .

3.4 *Acide nitrique* ($d = 1,3$ à $1,4$).

3.5 *Chlorhydrate d'hydroxylamine*.

3.6 *Solution de chlorure de nickel* contenant 2 g au litre de $NiCl_2 \cdot 6H_2O$.

* Bien que ces types de zinc ne contiennent normalement pas de thallium ou d'indium, ces deux éléments, s'ils sont présents, peuvent interférer dans cette détermination.

3.7 Solution étalon de plomb et de cadmium N° 1

Dans un bécher de 100 ml, introduire 0,5 g de plomb métal pur et 0,5 g de cadmium métal pur, pesés avec une précision de $\pm 0,001$ g. Recouvrir d'environ 10 ml d'eau et dissoudre par environ 5 ml d'acide nitrique (3.4). Chasser les vapeurs nitreuses. Refroidir. Transvaser quantitativement dans un ballon jaugé de 500 ml. Compléter au volume de 500 ml avec de l'eau. Homogénéiser.

1 ml de solution contient 1 mg de plomb et 1 mg de cadmium.

3.8 Solution étalon de plomb et de cadmium N° 2

Diluer dix fois la solution étalon de plomb et de cadmium N° 1 (3.7). 1 ml de solution contient 0,1 mg de plomb et 0,1 mg de cadmium.

3.9 Solution étalon de plomb et de cadmium N° 3

Diluer dix fois la solution étalon de plomb et de cadmium N° 2 (3.8). 1 ml de solution contient 0,01 mg de plomb et 0,01 mg de cadmium.

3.10 Solution de chlorure de zinc exempte de plomb et de cadmium

Dissoudre 100 g de zinc Zn 99,995 dans 400 ml d'acide chlorhydrique (3.2). Evaporer à consistance sirupeuse. Reprendre par 400 ml d'eau en transvasant dans une fiole jaugée de 500 ml. Ajouter 20 g de poussière de zinc. Agiter de temps en temps pendant au moins 30 minutes. Compléter au volume avec de l'eau. Homogénéiser. Laisser déposer. Filtrer la solution sans laver. Cette solution contient environ 200 mg de zinc par millilitre.

Vérifier que les hauteurs des vagues sont inférieures à celles obtenues en ajoutant 0,5 ml de la solution étalon de plomb et de cadmium N° 3 (3.9) à 25 ml de la solution de chlorure de zinc.

Cet essai permet d'assurer que 25 ml de la solution de chlorure de zinc contiennent moins de 0,005 mg de plomb et moins de 0,005 mg de cadmium.

4. APPAREILLAGE

4.1 *Matériel courant de laboratoire.*

4.2 *Polarographe.*

4.3 *Bain thermostatique.*

5. ÉCHANTILLONNAGE

Les prescriptions de la Recommandation ISO/R ...*, *Prélèvement et préparation des échantillons pour analyse*, seront applicables.

6. MODE OPÉRATOIRE

6.1 Prise d'essai

Peser une prise d'essai de 5 g avec une précision de $\pm 0,01$ g.

6.2 Tracé de la courbe d'étalonnage

Etablir une courbe d'étalonnage de manière à encadrer la teneur présumée.

Soit à réaliser la courbe d'étalonnage définie par trois termes correspondant à des teneurs en plomb et en cadmium de 0,001, 0,002 et 0,005 %.

6.2.1 Dans une série de béchers de 100 ml, verser 25 ml de la solution de chlorure de zinc (3.10) correspondant à 5 g de zinc métal. Y ajouter respectivement 5 ml, 10 ml et 25 ml de la solution étalon de plomb et de cadmium N° 3 (3.9).

6.2.2 Evaporer à consistance sirupeuse et procéder selon les paragraphes 6.3.3 à 6.3.5, puis polarographe selon le paragraphe 6.4.

* A établir ultérieurement.

6.2.3 Tracer la courbe d'étalonnage au moyen des hauteurs des vagues obtenues.

6.3 Dosage

6.3.1 Transvaser la prise d'essai dans un bécher de 100 ml et attaquer par 35 à 40 ml d'acide chlorhydrique (3.2). Ajouter deux ou trois gouttes d'eau oxygénée (3.3) pour parfaire la dissolution.

NOTE. — Dans le cas de mise en solution très difficile, l'on peut ajouter 2 ml de solution de chlorure de nickel (3.6) pour activer l'attaque.

6.3.2 Evaporer à consistance sirupeuse jusqu'à apparition d'une pellicule solide ou d'une mousse blanche.

6.3.3 Reprendre par l'eau et ajouter éventuellement une ou deux gouttes d'acide chlorhydrique (3.2) en veillant à obtenir une dissolution complète. Si la teneur présumée en fer est supérieure à 0,01 %, ajouter un ou deux cristaux de chlorhydrate d'hydroxylamine (3.5) (environ 5 mg), puis chauffer légèrement de manière à éliminer complètement l'influence éventuelle du fer. Laisser refroidir.

6.3.4 Transvaser dans une fiole jaugée de 25 ml et compléter au volume avec de l'eau.

6.3.5 Introduire la quantité appropriée de cette solution dans la cellule polarographique et la placer dans un bain thermostaté. Désoxygéner par barbotage d'un gaz inerte (3.1), pendant au moins 10 minutes.

6.4 Mesure polarographique

Polarographier entre 0 et - 1 volt.

La vague du plomb se situe aux environs de - 0,4 volt et celle du cadmium aux environs de - 0,6 volt par rapport à l'électrode au mercure ou, respectivement, à - 0,65 volt et - 0,85 volt par rapport à une électrode saturée au calomel.

7. EXPRESSION DES RÉSULTATS

Lire sur la courbe d'étalonnage la teneur correspondant à la hauteur des vagues obtenues.

8. PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

Le procès-verbal d'essai doit indiquer la méthode utilisée et les résultats obtenus. Il doit, en outre, mentionner tous les détails opératoires non prévus dans la présente Recommandation ISO, ou facultatifs, ainsi que les incidents éventuels susceptibles d'avoir agi sur les résultats.

Le procès-verbal doit donner tous les renseignements nécessaires à l'identification complète de l'échantillon.