
Norme internationale



5194

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

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

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

Première édition — 1981-11-15

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 5194:1981](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/daffc601-9311-4be8-a951-3818999147fd/iso-5194-1981)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/daffc601-9311-4be8-a951-3818999147fd/iso-5194-1981>



CDU 669.71 : 543.422 : 546.47

Réf. n° : ISO 5194-1981 (F)

Descripteurs : aluminium, alliage d'aluminium, analyse chimique, dosage, zinc, 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 5194 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 5194:1981](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/daffc601-9311-4be8-a951-3818999-47615-5194-1981>

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

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

Pays-Bas

Aluminium et alliages d'aluminium — Dosage du zinc — 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 zinc dans l'aluminium et les alliages d'aluminium.

La méthode est applicable aux produits dont la teneur en zinc (Zn) est comprise entre 0,002 et 6 % (*m/m*).

2 Principe

Mise en solution d'une prise d'essai par l'acide chlorhydrique et le peroxyde d'hydrogène. Nébulisation de la solution au sein d'une flamme air-acétylène et comparaison de l'absorbance de l'énergie de résonance du zinc présent dans la solution d'essai (longueur d'onde 213,9 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 zinc.

3.2 Acide chlorhydrique, ρ 1,10 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 à 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. Refroidir et transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 1 000 ml; compléter au volume et homogénéiser.

3.8 Aluminium, solution à 2 g/l.

Transvaser 50 ml de la solution d'aluminium (3.7) dans une fiole jaugée de 500 ml. Ajouter 270 ml de la solution d'acide chlorhydrique (3.2), compléter au volume et homogénéiser.

3.9 Zinc, solution étalon correspondant à 1 g de Zn par litre.

Peser, à 0,001 g près, 1 g de zinc (pureté $\geq 99,99$ %), l'introduire dans un bécher de 400 ml et couvrir d'un verre de montre. Ajouter, par petites fractions, 50 ml de la solution d'acide chlorhydrique (3.2) et, si nécessaire, chauffer modérément pour faciliter la dissolution. Après refroidissement, transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 1 mg de zinc.

3.10 Zinc, solution étalon correspondant à 0,05 g de Zn par litre.

Transvaser 50,0 ml de la solution étalon de zinc (3.9) dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution contient 0,05 mg de Zinc.

3.11 Zinc, solution étalon correspondant à 0,01 g de Zn par litre.

Transvaser 10,0 ml de la solution étalon de zinc (3.9) dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution contient 0,01 mg de zinc.

ISO 5194:1981
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5194-1981/3818999147/iso-5194-1981>

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 air-acétylène.

4.3 Air comprimé (installation de laboratoire ou bouteilles).

4.4 Acétylène, en bouteilles.

4.5 Lampe à cathode creuse au zinc.

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 zinc comprises entre 0,002 et 0,03 % (m/m)

Dans une série de neuf fioles jaugées de 100 ml, introduire, à l'aide de la burette (4.1), les volumes des solutions étalons de zinc (3.10 et 3.11) indiqués dans le tableau 1. Ajouter dans chaque fiole, 50 ml de la solution d'aluminium (3.7), compléter au volume et homogénéiser.

Tableau 1

Solution étalon de zinc (3.11)	Masse correspondante de zinc	Teneur en zinc
ml	mg	% (m/m)
0*	0	0
1,0	0,01	0,001
3,0	0,03	0,003
5,0	0,05	0,005
10,0	0,10	0,010
Solution étalon de zinc (3.10)		
ml		
3,0	0,15	0,015
4,0	0,20	0,020
5,0	0,25	0,025
6,0	0,30	0,030

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

6.2.1.2 Teneurs en zinc comprises entre 0,02 et 0,3 % (m/m)

Dans une série de neuf fioles jaugées de 100 ml, introduire, à l'aide de la burette (4.1), les volumes des solutions étalons de zinc (3.10 et 3.11) indiqués dans le tableau 2. Ajouter, dans chaque fiole, 5 ml de la solution d'aluminium (3.7), compléter au volume et homogénéiser.

ISO 5194:1981
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/daffc601-9311-4be8-a951-38189991476/>

Tableau 2

Solution étalon de zinc (3.11)	Masse correspondante de zinc	Teneur en zinc
ml	mg	% (m/m)
0*	0	0
1,0	0,01	0,01
3,0	0,03	0,03
5,0	0,05	0,05
10,0	0,10	0,10
Solution étalon de zinc (3.10)		
ml		
3,0	0,15	0,15
4,0	0,20	0,20
5,0	0,25	0,25
6,0	0,30	0,30

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

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

6.2.1.3 Teneurs en zinc comprises entre 0,2 et 3 % (m/m)

Dans une série de neuf fioles jaugées de 100 ml, introduire, à l'aide de la burette (4.1), les volumes des solutions étalons de zinc (3.10 et 3.11) indiqués dans le tableau 3. Ajouter dans chaque fiole, 5 ml de la solution d'aluminium (3.8), compléter au volume et homogénéiser.

Tableau 3

Solution étalon de zinc (3.11)	Masse correspondante de zinc	Teneur en zinc
ml	mg	% (m/m)
0*	0	0
1,0	0,01	0,10
3,0	0,03	0,30
5,0	0,05	0,50
10,0	0,10	1,00
Solution étalon de zinc (3.10)		
ml		
3,0	0,15	1,50
4,0	0,20	2,00
5,0	0,25	2,50
6,0	0,30	3,00

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

6.2.1.4 Teneurs en zinc comprises entre 3 et 6 % (m/m)

Dans une série de six fioles jaugées de 100 ml, introduire, à l'aide de la burette (4.1), les volumes de la solution étalon de zinc (3.10) indiqués dans le tableau 4. Ajouter dans chaque fiole, 2,5 ml de la solution d'aluminium (3.8), compléter au volume et homogénéiser.

Tableau 4

Solution étalon de zinc (3.10)	Masse correspondante de zinc	Teneur en zinc
ml	mg	% (m/m)
0*	0	0
2,0	0,10	2
3,0	0,15	3
4,0	0,20	4
5,0	0,25	5
6,0	0,30	6

* 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 zinc (4.5) pendant le temps nécessaire à sa stabilisation. Régler la longueur d'onde aux environs de 213,9 nm ainsi que la sensibilité et la fente suivant les caractéristiques de l'appareil. Régler la pression de l'air et de l'acétylène 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, 6.2.1.2, 6.2.1.3 ou 6.2.1.4) 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.

NOTE — Faire passer de l'eau dans le brûleur après chaque mesurage.

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 zinc 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 béccher de 250 ml et couvrir d'un verre de montre. Ajouter 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 la solution 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 filtre dans un creuset en platine et l'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 zinc comprises entre 0,002 et 0,03 % (m/m)

Transvaser quantitativement la solution (6.3.1) dans une fiole jaugée de 100 ml, compléter au volume et homogénéiser.

Utiliser la courbe d'étalonnage 6.2.1.1 pour cette solution.

6.3.1.2 Teneurs en zinc comprises entre 0,02 et 0,3 % (m/m)

Transvaser quantitativement la solution (6.3.1) dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser.

Utiliser la courbe d'étalonnage 6.2.1.2 pour cette solution.

6.3.1.3 Teneurs en zinc comprises entre 0,2 et 3 % (m/m)

Transvaser quantitativement la solution (6.3.1) dans une fiole jaugée de 500 ml, compléter au volume et homogénéiser. Intro-

duire 50,0 ml de cette solution dans une fiole jaugée de 1 000 ml, ajouter 27 ml de la solution d'acide chlorhydrique (3.2), compléter au volume et homogénéiser.

Utiliser la courbe d'étalonnage 6.2.1.3 pour cette solution.

6.3.1.4 Teneurs en zinc comprises entre 3 et 6 % (*m/m*)

Transvaser quantitativement la solution (6.3.1) dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser. Introduire 50,0 ml de cette solution dans une autre fiole jaugée de 1 000 ml, ajouter 13,5 ml de la solution d'acide chlorhydrique (3.2), compléter au volume et homogénéiser.

Utiliser la courbe d'étalonnage 6.2.1.4 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 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, 6.3.1.2, 6.3.1.3 ou 6.3.1.4), celle de la solution de l'essai à blanc (6.3.2) et celles des solutions de référence correspondantes (6.2.1.1, 6.2.1.2, 6.2.1.3 ou 6.2.1.4) 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 zinc aussi proches que possible de celles à doser.

7 Expression des résultats

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

La teneur en zinc, Zn, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule :

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

où

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

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

m_2 est la masse, en milligrammes, de zinc trouvé dans la solution d'essai (totalité ou partie aliquote) utilisée pour les mesures spectrométriques;

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, $R = 10$ pour les solutions d'essai préparées conformément à 6.3.1.2, $R = 100$ pour les solutions d'essai préparées conformément à 6.3.1.3 et $R = 200$ pour les solutions d'essai préparées conformément à 6.3.1.4).

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 5194:1981

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/daffc601-9311-4be8-a951-3818999147fd/iso-5194-1981>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 5194:1981

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/daffc601-9311-4be8-a951-3818999147fd/iso-5194-1981>