

---

Norme internationale



5196/1

---

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

---

## Alliages de magnésium — Dosage du thorium — Partie 1 : Méthode gravimétrique

*Magnesium alloys — Determination of thorium — Part 1 : Gravimetric method*

Première édition — 1980-11-15

ITEH STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 5196-1:1980

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/24d58905-d7c8-41b9-86ee-4ff7226affdd/iso-5196-1-1980>

## 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 5196/1 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 79, *Métaux légers et leurs alliages*, et a été soumise aux comités membres en août 1979.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

Afrique du Sud, Rép. d'	Hongrie	Roumanie
Allemagne, R. F.	Inde	Royaume-Uni 1-1980
Australie	Italie	Suède
Autriche	Japon	Tchécoslovaquie
Chine	Norvège	URSS
Espagne	Philippines	Yougoslavie
France	Portugal	

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

# Alliages de magnésium — Dosage du thorium — Partie 1 : Méthode gravimétrique

## 1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode gravimétrique pour le dosage du thorium dans les alliages de magnésium.

La méthode est applicable aux produits ayant une teneur en thorium comprise entre 0,2 et 5,0 % (*m/m*).

## 2 Principe

Mise en solution d'une prise d'essai dans l'acide chlorhydrique.

Séparation préalable du thorium sous forme de benzoate.

Dissolution du précipité et reprécipitation du thorium sous forme d'oxalate. Calcination et pesée de l'oxyde de thorium.

## 3 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.

**3.1 Chlorure d'hydroxylammonium** ( $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$ ).

**3.2 Chlorure d'ammonium** ( $\text{NH}_4\text{Cl}$ ).

**3.3 Acide chlorhydrique** ( $\rho$  1,19 g/ml environ), solution à 38 % (*m/m*) ou solution à environ 12 mol/l.

**3.4 Acide chlorhydrique** ( $\rho$  1,05 g/ml environ), ou solution à environ 3 mol/l.

Diluer 250 ml de la solution d'acide chlorhydrique (3.3) avec de l'eau, compléter le volume à 1 000 ml et homogénéiser.

**3.5 Hydroxyde d'ammonium** ( $\rho$  0,97 g/ml environ).

Diluer 250 ml de la solution d'hydroxyde d'ammonium ( $\rho$  0,91 g/ml environ) avec de l'eau, compléter le volume à 1 000 ml et homogénéiser.

**3.6 Acide benzoïque**, solution à 20 g/l.

Dissoudre 20 g d'acide benzoïque ( $\text{C}_6\text{H}_5\text{COOH}$ ) dans de l'eau chaude. Laisser refroidir, filtrer si nécessaire, compléter le volume à 1 000 ml et homogénéiser.

**3.7 Acide benzoïque**, solution à 2,5 g/l.

Dissoudre 2,5 g d'acide benzoïque ( $\text{C}_6\text{H}_5\text{COOH}$ ) dans de l'eau chaude, compléter le volume à 1 000 ml et homogénéiser.

**3.8 Acide oxalique**, solution saturée à température ambiante.

Dissoudre 150 g d'acide oxalique [ $(\text{COOH})_2\cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ] dans 1 000 ml d'eau chaude. Laisser refroidir et filtrer.

**3.9 Solution de lavage à l'acide oxalique**

Diluer 70 ml de la solution d'acide oxalique (3.8) à 500 ml avec de l'eau.

**3.10 Bleu de bromophénol**, solution alcaline à 4 g/l

Placer 0,4 g de bleu de bromophénol dans un mortier, ajouter 8,25 ml de la solution d'hydroxyde de sodium à 5 g/l et broyer jusqu'à dissolution complète. Transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 100 ml, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

## 4 Appareillage

Matériel courant de laboratoire.

## 5 Échantillonnage

**5.1 Échantillon pour laboratoire<sup>1)</sup>**

**5.2 Échantillon pour essai**

Copeaux d'épaisseur non supérieure à 1 mm, obtenus par fraisage ou perçage de l'échantillon pour laboratoire.

1) L'échantillonnage du magnésium et de ses alliages fera l'objet d'une Norme internationale ultérieure.

## 6 Mode opératoire

### 6.1 Prise d'essai

Peser, à 0,001 g près, environ 5 g de l'échantillon pour essai (5.2) pour des teneurs en thorium comprises entre 0,2 et 1,5 % (*m/m*), ou 3 g pour des teneurs en thorium comprises entre 1,5 et 3,0 % (*m/m*), ou 2 g pour des teneurs en thorium comprises entre 3,0 et 5,0 % (*m/m*).

### 6.2 Dosage

#### 6.2.1 Préparation de la solution d'essai

Introduire la prise d'essai (6.1) dans un bécher de 400 ml, muni d'un verre de montre, ajouter 50 ml d'eau, puis, par petites portions, 7,5 ml de la solution d'acide chlorhydrique (3.3) pour chaque gramme de prise d'essai.

Une fois la réaction terminée, faire bouillir la solution pendant quelques minutes. S'il reste un résidu, filtrer sur filtre à texture serrée, laver le bécher et le résidu à l'eau chaude, en ajoutant les eaux de lavage à la solution d'essai (rejeter le résidu). Amener le volume à 100 ml environ, soit par dilution, soit par évaporation et ensuite refroidir.

NOTE — Dans le cas de l'analyse d'alliages contenant de l'argent, avant de filtrer, garnir le filtre avec un peu de pulpe de cellulose.

#### 6.2.2 Première précipitation du thorium

Ajouter, si les éléments des terres rares sont présents, 1 g de chlorure d'hydroxylammonium (3.1).

Ajouter à la solution trois gouttes de la solution de bleu de bromophénol (3.10) et neutraliser jusqu'au virage violet de l'indicateur ou avec de la solution d'hydroxyde d'ammonium (3.5), ou avec la solution d'acide chlorhydrique (3.4). Ajouter 10 g de chlorure d'ammonium (3.2) et amener la solution à ébullition. En agitant, ajouter 100 ml de la solution d'acide benzoïque (3.6) bouillante et continuer le chauffage pendant 10 min.

Laisser reposer quelques minutes (ne pas laisser refroidir la solution), filtrer sur filtre à texture moyenne et laver soigneusement avec la solution d'acide benzoïque (3.7).

#### 6.2.3 Précipitation de l'oxalate de thorium

Transvaser quantitativement le précipité dans le bécher d'origine avec 50 ml d'eau bouillante. Laver le filtre avec 10 ml de la solution d'acide chlorhydrique (3.4) et 50 ml d'eau bouillante. Porter à ébullition. Retirer le bécher du feu, laver les parois et

diluer à 125 ml environ. Ajouter, lentement et en agitant 25 ml de la solution d'acide oxalique (3.8). Laisser reposer pendant 12 h (une nuit) à température ambiante.

#### 6.2.4 Filtration, lavage et pesée

Filtrer le précipité sur un filtre à texture serrée et laver soigneusement avec la solution de lavage (3.9).

Placer le filtre et le précipité dans un creuset de porcelaine, préalablement calciné à 950 °C, incinérer modérément le filtre à une température de 500 °C environ jusqu'à combustion complète du filtre, puis calciner à 950 °C jusqu'à masse constante. Peser, après refroidissement dans un dessiccateur contenant du perchlorate de magnésium anhydre.

## 7 Expression des résultats

La teneur en thorium (Th) est donnée, en pourcentage en masse, par la formule

$$\frac{m_1 \times 0,8788 \times 100}{m_0}$$

$m_0$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai;

$m_1$  est la masse, en grammes, de l'oxyde de thorium obtenue;

0,8788 est le facteur de conversion de l'oxyde de thorium en thorium.

## 8 Procès-verbal d'essai

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

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