
Norme internationale



5196/2

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

Alliages de magnésium — Dosage du thorium — Partie 2 : Méthode titrimétrique

Magnesium alloys — Determination of thorium — Part 2 : Titrimetric method

Première édition — 1980-12-01

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 5196-2:1980

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e010cf2b-81dd-4ce7-84b9-91d4c28cad1c/iso-5196-2-1980>

CDU 669.721 : 543.24 : 546.841

Réf. n° : ISO 5196/2-1980 (F)

Descripteurs : alliage de magnésium, analyse chimique, dosage, thorium, détermination du titre.

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 5196/2 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 79, *Métaux 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'	France	Portugal
Allemagne, R. F.	Hongrie	Roumanie
Australie	Inde	Suède
Autriche	Italie	Suisse
Chili	Japon	Tchécoslovaquie
Chine	Norvège	URSS
Espagne	Philippines	Yougoslavie

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

Royaume-Uni

Alliages de magnésium — Dosage du thorium — Partie 2 : Méthode titrimétrique

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode titrimétrique pour le dosage du thorium dans les alliages de magnésium ne contenant pas de l'argent.

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. Complexage du fer et du cérium par ajout de chlorure d'hydroxylammonium. Complexage du zirconium par ajout, à 90 °C environ, d'une solution d'EDTA, en présence d'orange de xylénol comme indicateur.

Titration du thorium, à 90 °C environ en milieu tamponné, par une solution d'EDTA en présence d'orange de xylénol comme indicateur.

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 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 environ 12 mol/l, avec de l'eau, compléter le volume à 1 000 ml et homogénéiser.

3.2 Acide chlorhydrique (ρ 1,0 g/ml environ), solution à environ 0,005 mol/l.

Diluer 5 ml d'acide chlorhydrique (ρ 1,19 g/ml environ), solution à environ 12 mol/l, avec de l'eau, compléter le volume à 1 000 ml et homogénéiser.

3.3 Chlorure d'hydroxylammonium, solution à 100 g/l

Dissoudre 10 g de chlorure d'hydroxylammonium ($\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$) dans de l'eau, compléter le volume à 100 ml et homogénéiser.

3.4 Hydroxyde d'ammonium (ρ 0,91 g/ml environ).

3.5 Hydroxyde d'ammonium (ρ 0,98 g/ml environ).

Diluer 200 ml de la solution d'hydroxyde d'ammonium (3.4) avec de l'eau, compléter le volume à 1 000 ml et homogénéiser.

3.6 Solution tampon

Ajouter 80 ml d'une solution d'acide chlorhydrique à 0,25 mol/l environ [2 % (*V/V*)] à 500 ml de solution de chlorure de potassium à 15 g/l.

3.7 Zirconium, solution étalon à 0,5 g/l.

3.7.1 Préparation de la solution

Préparer cette solution selon l'une des méthodes suivantes.

3.7.1.1 Peser, à 0,001 g près, 0,500 g de zirconium pur [titre > 99,9 % (*m/m*)] et l'introduire dans un bécher sec. Ajouter 30 ml de méthanol et, tout en refroidissant, 5 ml de brome. Une fois la réaction terminée, chauffer modérément pour compléter l'attaque. Ajouter 40 ml d'acide chlorhydrique (3.1), porter à ébullition et faire bouillir jusqu'à obtention d'une solution incolore, en maintenant le volume de la solution à environ 50 ml par addition d'eau.

Refroidir, transvaser, en lavant, dans une fiole jaugée de 1 000 ml et compléter au volume.

3.7.1.2 Dissoudre 1,77 g d'oxychlorure de zirconium ($\text{ZrOCl}_2\cdot 8\text{H}_2\text{O}$)¹⁾ dans de l'eau, ajouter 20 ml de la solution d'acide chlorhydrique (3.1), filtrer et compléter le volume à 1 000 ml.

1) L'oxychlorure de zirconium à utiliser ne doit pas être humide. Toutefois, on ne peut pas prévoir de dessécher le produit en étuve, puisqu'une partie pourrait passer sous une forme qui, tout en étant soluble et dosable par voie gravimétrique (voir 3.7.2), réagit très lentement avec l'EDTA.

3.7.2 Étalonnage de la solution

Étalonner la solution selon l'une des méthodes suivantes.

3.7.2.1 Dosage gravimétrique à l'acide mandélique

Introduire 100 ml de la solution étalon de zirconium (3.7.1) dans un bécher de 250 ml. Ajouter 40 ml environ d'eau et 60 ml de la solution d'acide chlorhydrique (3.1). Porter à ébullition et ajouter 50 ml d'une solution d'acide mandélique à 150 g/l.

Laisser reposer à 80 °C environ pendant 20 min. Laisser refroidir, puis filtrer sur un papier filtre à texture moyenne. Laver avec une solution contenant 40 ml par litre de la solution d'acide chlorhydrique (3.1) et 50 g d'acide mandélique par litre. Introduire le filtre dans un creuset de platine préalablement taré. Sécher, calciner avec précaution à une température comprise entre 950 et 1 000 °C jusqu'à masse constante et peser l'oxyde de zirconium (ZrO₂).

La teneur en zirconium (Zr) de la solution étalon, exprimée en milligrammes par millilitre, est donnée par la formule :

$$\frac{m \times 0,740\ 3}{V}$$

où

m est la masse, en milligrammes, d'oxyde de zirconium obtenu;

V est le volume, en millilitres, de la solution étalon de zirconium prélevé pour le dosage;

0,740 3 est le facteur de conversion de ZrO₂ à Zr.

3.7.2.2 Dosage gravimétrique à l'acide *p*-bromomandélique

Introduire 100 ml de la solution étalon de zirconium (3.7.1) dans un bécher de 250 ml et ajouter 70 ml environ d'eau. Chauffer à 80 °C environ et ajouter, lentement, en agitant, 50 ml d'une solution d'acide *p*-bromomandélique 0,1 mol/l, préalablement chauffée à 80 °C environ.

Laisser reposer à 80 °C environ pendant 20 min. Contrôler si la précipitation est complète en ajoutant 2 ou 3 ml de la solution d'acide bromomandélique 0,1 mol/l. Refroidir à la température ambiante, sous agitation constante. Filtrer sur papier à texture moyenne. Laver soigneusement avec de l'eau. Introduire le filtre dans un creuset de platine préalablement taré. Sécher, calciner avec précaution à une température comprise entre 950 et 1 000 °C jusqu'à masse constante et peser l'oxyde de zirconium (ZrO₂).

La teneur en zirconium (Zr) de la solution étalon, exprimée en milligrammes par millilitre, est donnée par la formule :

$$\frac{m \times 0,740\ 3}{V}$$

où

m est la masse, en milligrammes, d'oxyde de zirconium obtenu;

V est le volume, en millilitres, de la solution étalon de zirconium prélevé pour le dosage;

0,740 3 est le facteur de conversion de ZrO₂ à Zr.

3.8 Éthylène diamine tétracétate disodique (EDTA), solution titrée 0,01 mol/l.

3.8.1 Préparation de la solution

Dissoudre 3,75 g d'EDTA dans de l'eau, filtrer si nécessaire et compléter le volume à 1 000 ml. Conserver dans un flacon en matière plastique.

3.8.2 Étalonnage de la solution

Peser, à 0,001 g près, 1 g de magnésium de très haute pureté, et l'introduire dans un bécher de 400 ml. Ajouter 15 ml d'eau, couvrir le bécher d'un verre de montre, puis ajouter, par petites portions et avec précaution, 30 ml de la solution d'acide chlorhydrique (3.1). Une fois la réaction terminée, ajouter 10 ml de la solution étalon de zirconium (3.7). Porter à ébullition et faire bouillir pendant 5 min exactement, en laissant le bécher couvert.

Ajouter 30 ml de la solution de chlorure d'hydroxylammonium (3.3) et amener le volume de la solution à 200 ml environ par addition d'eau chaude. Porter à faible ébullition et ajouter 1 ml de la solution d'orange de xylénol (3.9). Faire bouillir 2 à 3 min.

Titre avec la solution d'EDTA (3.8) jusqu'au virage de l'indicateur du rouge au jaune, en maintenant la température à 85 °C au minimum. Utiliser l'agitateur (4.2) et régler la plaque chauffante à 90 °C pour mieux apercevoir le point final du virage.

Cette coloration ne doit pas varier après avoir porté à nouveau la solution à ébullition.

3.8.3 Calcul

Le facteur de correction, correspondant au fait que la concentration de la solution n'est pas exactement 0,01 mol/l, est donné par la formule

$$\frac{5,49}{V}$$

où

V est le volume, en millilitres, de la solution d'EDTA (3.8) employé pour le titrage de 10,0 ml de la solution étalon de zirconium (3.7);

5,49 est le volume, en millilitres, de solution EDTA 0,01 M (valeur théorique : 1 ml ≡ 0,91 mg de zirconium) nécessaire au titrage de 5,0 mg de Zr (5,0 : 0,91 = 5,494 5).

iTeh STANDARDS (standards.iteh.ai)

ISO 5196-2:1980
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c0102b-81a0-4c01-8149-91d4c28cad1c/iso-5196-2-1980>

3.9 Orange de xylénol, solution à 1 g/l.

Dissoudre 0,1 g d'orange de xylénol dans de l'eau, compléter le volume à 100 ml et homogénéiser.

4 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

4.1 pH-mètre.

4.2 Agitateur mécanique ou magnétique, muni d'une plaque chauffante.

5 Échantillonnage

5.1 Échantillon pour laboratoire¹⁾

5.2 Échantillon pour essai

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

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 Essai à blanc

Effectuer, parallèlement au dosage, un essai à blanc en suivant le même mode opératoire et en utilisant les mêmes quantités de tous les réactifs que celles employées pour le dosage, sauf la quantité d'acide chlorhydrique (3.1) qui doit être réduite à 15 ml.

6.3 Dosage

6.3.1 Préparation de la solution d'essai

Introduire la prise d'essai (6.1) dans un bécher de 400 ml. Ajouter 15 ml d'eau, couvrir le bécher d'un verre de montre, puis ajouter, par petites portions et avec précaution, 30 ml de la solution d'acide chlorhydrique (3.1). Une fois la réaction terminée, porter à ébullition et faire bouillir pendant 5 min exactement, en laissant toujours le bécher couvert. S'il reste un résidu, filtrer sur filtre à texture moyenne, laver le bécher et le résidu avec la solution d'acide chlorhydrique (3.2) chaude, en ajoutant les eaux de lavage à la solution d'essai (rejeter le résidu).

6.3.2 Complexage

Ajouter 30 ml de la solution de chlorure d'hydroxylammonium (3.3) et amener le volume de la solution à 200 ml environ par addition d'eau chaude. Porter à faible ébullition et ajouter 1 ml de la solution d'orange de xylénol (3.9). Faire bouillir 2 ou 3 min.

Maintenir la température de la solution à 85 °C au minimum et complexer le zirconium par ajout lent de la solution d'EDTA (3.8) jusqu'au virage de l'indicateur du rouge au jaune. Utiliser l'agitateur (4.2) et régler la plaque chauffante à 90 °C pour mieux apercevoir le point final du virage.

Cette coloration ne doit pas varier après avoir porté à nouveau la solution à ébullition.

6.3.3 Titrage du thorium

Refroidir et ajouter la solution d'hydroxyde d'ammonium (3.4), sous agitation mécanique, jusqu'au début du virage de l'indicateur. En contrôlant au moyen du pH-mètre (4.1), ajuster le pH de la solution à 1,6 par ajout de la solution d'hydroxyde d'ammonium (3.5).

Ajouter ensuite 10 ml de la solution tampon (3.6) pour reformer la coloration rouge de l'indicateur. Porter à ébullition et doser immédiatement le thorium en ajoutant, très lentement, la solution titrée d'EDTA (3.8) jusqu'au virage du rouge au jaune de l'indicateur. Pendant le titrage, la température de la solution doit être maintenue à 85 °C au minimum. Utiliser l'agitateur (4.2) et régler la plaque chauffante à 90 °C pour mieux apercevoir le point final du virage.

Cette coloration ne doit pas varier par addition de deux gouttes de solution d'EDTA en excès.

7 Expression des résultats

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

$$\frac{(V - V_1) \times f \times 2,32}{10 \times m}$$

où

V est le volume, en millilitres, de la solution d'EDTA (3.8) employé pour le titrage du thorium de la prise d'essai;

V_1 est le volume, en millilitres, de la solution d'EDTA (3.8) employé pour le titrage de l'essai à blanc;

f est le facteur de correction (voir 3.8.3) de la solution d'EDTA (3.8);

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

2,32 est la masse, en milligrammes, de thorium correspondant à 1 ml de solution d'EDTA exactement 0,01 mol/l.

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

8 Procès-verbal d'essai

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

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

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 5196-2:1980

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e010cf2b-81dd-4ce7-84b9-91d4c28cad1c/iso-5196-2-1980>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 5196-2:1980

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e010cf2b-81dd-4ce7-84b9-91d4c28cad1c/iso-5196-2-1980>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 5196-2:1980

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e010cf2b-81dd-4ce7-84b9-91d4c28cad1c/iso-5196-2-1980>