

Transformed
ISO

ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

RECOMMANDATION ISO
R 715

ANALYSE CHIMIQUE DES ZINCS

DOSAGE POLAROGRAPHIQUE DU PLOMB

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 715, *Analyse chimique des zincs – Dosage polarographique du plomb*, 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° 994) 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	R.A.U.
Rép. d'	France	Royaume-Uni
Argentine	Hongrie	Suisse
Australie	Inde	Tchécoslovaquie
Belgique	Irlande	Thaïlande
Canada	Israël	Turquie
Chili	Italie	U.R.S.S.
Corée, Rép. de	Norvège	U.S.A.
Corée, Rép. D.P. de	Nouvelle-Zélande	Yougoslavie

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

Allemagne

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.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO/R 715:1968

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/eeec47d8-e024-486a-a8ae-485098f36980/iso-r-715-1968>

ANALYSE CHIMIQUE DES ZINCS

DOSAGE POLAROGRAPHIQUE DU PLOMB

1. OBJET

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

Cette méthode s'applique aux types suivants du zinc : Zn 99,5, Zn 98,5 et Zn 98, définis dans la Recommandation ISO/R 752, *Zinc en lingots*.

Elle permet la détermination des teneurs en plomb comprises entre 0,1 et 3 ‰.

2. PRINCIPE DE LA MÉTHODE

Détermination polarographique du plomb en milieu tartrate d'ammonium cyanuré ammoniacal.

3. RÉACTIFS

Tous les réactifs doivent être chimiquement purs pour analyse.

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

3.1 *Zinc*, pur à 99,99 ‰.

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

3.3 *Acide chlorhydrique* ($d = 1,19$).

3.4 *Ammoniaque* ($d = 0,91$).

3.5 *Solution d'acide tartrique* à 300 g au litre.

3.6 *Solution de cyanure de potassium* à 100 g au litre.

3.7 *Solution de gélatine blanche* à 5 g au litre. Pour assurer la conservation de la solution, ajouter 1 g d'acide salicylique au litre.

3.8 *Solution étalon de plomb N° 1*

Attaquer 1 g de plomb pur par environ 10 ml d'acide nitrique (3.2) et 50 ml d'eau. Laisser refroidir. Transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 500 ml. Compléter au volume avec de l'eau.

1 ml de cette solution contient 2 mg de plomb.

3.9 *Solution étalon de plomb N° 2*

Prélever une partie aliquote de 10 ml de la solution étalon de plomb N° 1 (3.8) et l'introduire dans une fiole jaugée de 100 ml. Compléter au volume avec de l'eau.

1 ml de cette solution contient 0,2 mg de plomb.

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 10 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 établir la courbe d'étalonnage définie par sept termes correspondant à des teneurs en plomb de 0 - 0,1 - 0,2 - 0,5 - 1 - 2 et 3 %.

- 6.2.1 Peser 10 g de zinc pur (3.1) avec une précision de $\pm 0,01$ g et procéder comme indiqué dans les paragraphes 6.3.1 à 6.3.3.
 6.2.2 Prélever des parties aliquotes de 25 ml et les introduire dans sept fioles jaugées de 100 ml.
 6.2.3 Introduire respectivement 0 - 5 - 10 et 25 ml de solution étalon de plomb N° 2 (3.9) et 5 - 10 et 15 ml de solution étalon de plomb N° 1 (3.8).
 6.2.4 Pour chaque fiole, procéder comme indiqué dans les paragraphes 6.3.5 à 6.3.7, puis polarographier selon le paragraphe 6.4.
 6.2.5 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 250 ml et attaquer par 50 ml d'eau régale (un volume d'acide nitrique (3.2) et trois volumes d'acide chlorhydrique (3.3) , versés par petites portions.
 6.3.2 Après dissolution complète, ajouter 50 ml d'eau et faire bouillir pendant quelques instants. Refroidir.
 6.3.3 Transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 250 ml et compléter au volume avec de l'eau. Homogénéiser.
 6.3.4 Prélever une partie aliquote de 25 ml et l'introduire dans une fiole jaugée de 100 ml.
 6.3.5 Ajouter successivement
 - 10 ml de solution d'acide tartrique (3.5),
 - 25 ml d'ammoniaque (3.4).
 Refroidir.
 6.3.6 Ajouter
 - 10 ml de solution de cyanure de potassium (3.6),
 - 3 ml de solution de gélatine (3.7).
 6.3.7 Compléter au volume de 100 ml avec de l'eau. Homogénéiser. Attendre une dizaine de minutes pour assurer la désoxygénation. Introduire la quantité appropriée de la solution dans la cellule polarographique et la placer dans un bain thermostaté.

6.4 Mesure polarographique

Polarographier. Le potentiel de demi-vague du plomb se situe aux environs de - 0,25 volt par rapport à l'électrode de mercure ou de - 0,6 volt par rapport à l'électrode saturée au calomel.

* A établir ultérieurement.

** Lorsque la teneur en plomb est supérieure au point monoéutectique (0,9 %), ou lorsque l'échantillon est hétérogène, il est recommandé d'opérer sur une prise d'essai plus importante et sur une partie aliquote.

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 nécessaire à l'identification complète de l'échantillon.