

ISO

ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

RECOMMANDATION ISO R 1570

ANALYSE CHIMIQUE DES ZINCS ET DES ALLIAGES DE ZINC

DOSAGE SPECTROPHOTOMÉTRIQUE DE L'ÉTAIN

1^{ère} ÉDITION

Juin 1970

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.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO/R 1570:1970

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/77dae7e3-d51a-4978-a66d-03667ae34a1c/iso-r-1570-1970>

HISTORIQUE

La Recommandation ISO/R 1570, *Analyse chimique des zincs et des alliages de zinc – Dosage spectrophotométrique de l'étain*, 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 aboutirent à l'adoption du Projet de Recommandation ISO N° 1570 qui fut soumis, en avril 1968, 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, Rép. d'	Hongrie	R.A.U.
Allemagne	Inde	Royaume-Uni
Australie	Iran	Suède
Belgique	Irlande	Tchécoslovaquie
Brésil	Israël	Thaïlande
Canada	Italie	Turquie
Espagne	Norvège	U.R.S.S.
France	Pologne	Yougoslavie

Aucun Comité Membre ne se déclara opposé à l'approbation du Projet.

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

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO/R 1570:1970

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/77dae7e3-d51a-4978-a66d-03667ae34a1c/iso-r-1570-1970>

ANALYSE CHIMIQUE DES ZINCS ET DES ALLIAGES DE ZINC

DOSAGE SPECTROPHOTOMÉTRIQUE DE L'ÉTAIN

1. OBJET

La présente Recommandation ISO décrit une méthode de dosage spectrophotométrique de l'étain dans les zincs et alliages de zinc.

Cette méthode s'applique aux zincs définis dans la Recommandation ISO/R 752, *Zinc en lingots*, aux alliages de zinc définis dans la Recommandation ISO/R 301, *Alliages de zinc en lingots*, et aux pièces coulées sous pression avec ces alliages.

Elle permet la détermination des teneurs en étain comprises entre 0,0005 et 0,005 %*.

2. PRINCIPE DE LA MÉTHODE

Dosage spectrophotométrique du complexe étain-quercétine après extraction par la méthyl-isobutyl-cétone.

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, exempte d'étain.

3.1 *Acide chlorhydrique*, ρ 1,19 (g/ml).

3.2 *Eau oxygénée à 30 % (m/m)* de H₂O₂, exempte de stabilisateur à base d'étain.

3.3 *Solution de thiourée*.

Dissoudre 12,5 g de thiourée dans 100 ml d'eau chaude (60 °C environ). Diluer à environ 200 ml. Refroidir. Compléter au volume de 250 ml.

3.4 *Solution d'acide ascorbique*.

Dissoudre 2 g d'acide ascorbique dans 100 ml d'eau. Utiliser une solution fraîchement préparée.

3.5 *Solution de quercétine***.

Dissoudre 500 mg de quercétine dans 300 ml d'éthanol (chauffer légèrement jusqu'à dissolution). Refroidir. Ajouter exactement 25 ml d'acide chlorhydrique (3.1). Compléter au volume de 1 litre avec de l'éthanol. Homogénéiser. Filtrer le léger résidu éventuel.

3.6 *Méthyl-isobutyl-cétone*.

3.7 *Solution d'acide sulfurique, 5 % (V/V)*.

* La méthode peut être étendue à des teneurs plus élevées en opérant sur des prises d'essai plus faibles et à condition d'établir la courbe d'étalonnage en présence de teneurs en zinc correspondantes.

** La qualité de la quercétine est valable pour autant que l'essai à blanc donne une extinction inférieure à 0,1.

3.8 *Solution d'étalon.*

Dissoudre 0,500 g d'étain métal pur par 100 ml d'acide chlorhydrique (3.1) dans un bécher de 250 ml couvert d'un verre de montre, en chauffant modérément. Après mise en solution complète, transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 1 litre. Refroidir. Compléter au volume avec de l'eau. Homogénéiser. Introduire 10 ml dans une fiole jaugée de 1 litre. Ajouter 100 ml d'acide chlorhydrique (3.1). Compléter au volume de 1 litre avec de l'eau. Homogénéiser.

1 ml de cette solution contient 0,005 mg d'étain.

3.9 *Zinc métal, pur à au moins 99,99 % de Zn.*

3.10 *Acide chlorhydrique ρ 1,19 (g/ml), solution diluée à une partie d'acide et neuf parties d'eau.*

3.11 *Solution de chlorure de nickel.*

Dissoudre 0,5 g de nickel dans une quantité minimale d'acide chlorhydrique (3.1). Diluer à 1 litre.

4. APPAREILLAGE

4.1 *Matériel courant de laboratoire.*

4.2 *Spectrophotomètre, longueur d'onde de 440 nm et cuves de 1 cm d'épaisseur*.*

5. ÉCHANTILLONNAGE

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

6. MODE OPÉRATOIRE

6.1 *Prise d'essai*

Peser, à 0,001 g près, une prise d'essai de 2 g.

6.2 *Essai à blanc*

Effectuer en même temps que la détermination réelle, un essai à blanc, en opérant comme suit :

6.2.1 Introduire 2 g de zinc métal pur (3.9), dans un bécher de 100 ml et attaquer par 15 ml d'acide chlorhydrique (3.1).

6.2.2 Ajouter quelques gouttes d'eau oxygénée (3.2). Evaporer à consistance sirupeuse pour éliminer les traces d'étain éventuellement présentes.

6.2.3 Reprendre par 15 ml d'acide chlorhydrique (3.1). Refroidir.

6.2.4 Transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 50 ml. Compléter au volume avec de l'eau. Homogénéiser.

6.2.5 Continuer les opérations à partir du paragraphe 6.4.1.3 du « Dosage ».

6.3 *Tracé de la courbe d'étalonnage*

6.3.1 Dans cinq béchers de 100 ml, introduire 2 g de zinc métal pur (3.9) et dissoudre sans chauffer par 18 ml d'acide chlorhydrique (3.1).

6.3.2 En vue de réaliser la courbe d'étalonnage définie par cinq termes correspondant à des teneurs en étain de 0 - 0,001 - 0,003 - 0,004 et 0,005 %, introduire respectivement 0 - 4 - 12 - 16 et 20 ml de la solution étalon d'étain (3.8) et 20 - 16 - 8 - 4 et 0 ml d'acide chlorhydrique dilué (3.10)***.

* La quantité de méthyl-isobutyl-cétone indiquée au paragraphe 6.4.1.5 n'est valable que dans le cas où l'on opère avec des cuves de 1 cm d'épaisseur. Il y a lieu d'apporter les modifications nécessaires si des cuves d'autres dimensions sont utilisées.

** A établir ultérieurement.

*** De cette façon, la quantité d'acide chlorhydrique concentré est identique pour tous les termes et égale à 20 ml.

6.3.3 Continuer les opérations décrites aux paragraphes 6.4.1.2 à 6.4.2 inclus.

6.3.4 Effectuer les mesures spectrophotométriques de ces solutions par rapport au terme 0 de la gamme d'étalonnage à la longueur d'onde de 440 nm (4.2).

6.4 Dosage*

6.4.1 Attaque

6.4.1.1 Introduire la prise d'essai dans un bécher de 100 ml et attaquer sans chauffer par 20 ml d'acide chlorhydrique (3.1)**.

6.4.1.2 Oxyder et parfaire la dissolution en ajoutant quelques gouttes d'eau oxygénée (3.2).
Diluer. Refroidir. Transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 50 ml. Compléter au volume avec de l'eau. Homogénéiser.

6.4.1.3 Dans une ampoule à décanter de 125 ml, introduire successivement :

- 20 ml de la solution de thiourée (3.3);
- 5 ml de solution d'acide ascorbique (3.4);
- 20 ml de solution de quercétine (3.5).

Homogénéiser.

Ajouter 25 ml de la solution à analyser (6.4.1.2).

Homogénéiser.

6.4.1.4 Laisser réagir pendant 10 à 15 minutes.

6.4.1.5 Introduire exactement 15 ml de méthyl-isobutyl-cétone. Agiter pendant 1 minute.

6.4.1.6 Laisser reposer. Après séparation nette des deux couches, rejeter la phase aqueuse.

6.4.1.7 Introduire 25 ml de solution d'acide sulfurique (3.7) et agiter pendant 30 secondes.

6.4.1.8 Laisser reposer pendant 5 minutes. Après séparation nette des deux couches, rejeter la phase aqueuse.

6.4.2 Recueillir une quantité convenable de la solution organique dans la cuve de colorimétrie en filtrant sur un petit filtre rapide (d'environ 70 mm de diamètre) et sec, pour éliminer les gouttelettes de phase aqueuse, en ayant soin de rejeter les premiers millilitres du filtrat***.

6.5 Mesure spectrophotométrique

Effectuer les mesures spectrophotométriques par rapport à la solution de l'essai à blanc à la longueur d'onde de 440 nm (4.2).

* Dans le cas où l'hétérogénéité de l'échantillon nécessite une prise d'essai plus importante, prélever une prise d'essai de $10 \pm 0,01$ g.

Le début du paragraphe 6.4.1 est alors modifié comme suit :

6.4.1.1 Introduire la prise d'essai dans un bécher de 250 ml et attaquer par 100 ml d'acide chlorhydrique (3.1). Oxyder et parfaire la dissolution en ajoutant 1 ml d'eau oxygénée (3.2). Refroidir.

6.4.1.2 Transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 250 ml. Compléter au volume avec de l'eau. Homogénéiser.
Continuer les opérations comme indiqué à partir du paragraphe 6.4.1.3 inclus.

** Dans le cas de mise en solution très difficile, il est possible d'ajouter 2 ml de solution de chlorure de nickel (3.11) pour activer l'attaque.

*** La filtration peut être remplacée avantageusement par une centrifugation.
Il est conseillé de ne pas exposer la solution organique à la lumière solaire directe.