
**Alliages de zinc — Dosage de
l'aluminium — Méthode titrimétrique**

Zinc alloys — Determination of aluminium content — Titrimetric method

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 1169:2006](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2c410e7b-3dbc-49ec-98be-55e974dfc08f/iso-1169-2006)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2c410e7b-3dbc-49ec-98be-55e974dfc08f/iso-1169-2006>



PDF – Exonération de responsabilité

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 1169:2006](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2c410e7b-3dbc-49ec-98be-55e974dfc08f/iso-1169-2006)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2c410e7b-3dbc-49ec-98be-55e974dfc08f/iso-1169-2006>

© ISO 2006

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax. + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principe	1
5 Réactifs	2
6 Appareillage	3
7 Échantillonnage	3
8 Mode opératoire	3
9 Calcul et expression des résultats	4
10 Rapport d'essai	5
Annexe A (informative) Informations additionnelles concernant les essais interlaboratoires conduits à l'échelle internationale	6
Annexe B (informative) Représentation graphique des données de fidélité	7

[ISO 1169:2006](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2c410e7b-3dbc-49ec-98be-55e974dfc08f/iso-1169-2006)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2c410e7b-3dbc-49ec-98be-55e974dfc08f/iso-1169-2006>

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 en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

L'ISO 1169 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 18, *Zinc et alliages de zinc*, sous-comité SC 1, *Méthodes d'échantillonnage et d'analyse du zinc et des alliages de zinc*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 1169:1975), dont elle constitue une révision technique. Elle est basée sur la norme européenne EN 12441-1:2001, *Zinc et alliages de zinc — Analyse chimique — Partie 1: Dosage de l'aluminium dans les alliages de zinc — Méthode titrimétrique*.

Alliages de zinc — Dosage de l'aluminium — Méthode titrimétrique

1 Domaine d'application

La présente Norme Internationale spécifie une méthode titrimétrique de détermination de la teneur en aluminium dans les alliages de zinc. Elle s'applique aux produits spécifiés dans l'ISO 301.

Elle convient pour la détermination des teneurs (fractions massiques) en aluminium comprises entre 3 % et 30 %.

2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 301, *Alliages de zinc en lingots destinés à la fonderie*

ISO 5725-1, *Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure — Partie 1: Principes généraux et définitions*

ISO 5725-2, *Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure — Partie 2: Méthode de base pour la détermination de la répétabilité et de la reproductibilité d'une méthode de mesure normalisée*

ISO 5725-3, *Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure — Partie 3: Mesures intermédiaires de la fidélité d'une méthode de mesure normalisée*

ISO 20081, *Zinc et alliages de zinc — Méthode d'échantillonnage — Spécifications*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions donnés dans l'ISO 20081 s'appliquent.

4 Principe

Addition d'un excès de solution de sel disodique de l'acide éthylène-diamine tétra-acétique (EDTA) à une solution chlorhydrique de la prise d'essai. Complexation quantitative de cet excès par une solution étalon de zinc. Le complexe aluminium-EDTA est décomposé par de la fluorure de sodium et l'EDTA libéré est titré par rapport à une solution étalon de zinc.

5 Réactifs

5.1 Généralités

Au cours de l'essai, n'utiliser que des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau distillée ou déminéralisée.

5.2 Acide chlorhydrique, $\rho = 1,19$ g/ml.

5.3 Acide nitrique, $\rho = 1,4$ g/ml.

5.4 Acide chlorhydrique (1+1).

Mélanger 1 volume d'acide chlorhydrique (5.2) à 1 volume d'eau.

5.5 Peroxyde d'hydrogène, à 30 % (fraction massique).

5.6 Chlorure d'hydroxylammonium, solution à 200 g/l.

5.7 Sel disodique de l'acide éthylène-diamine tétra-acétique (EDTA), solution à 65 g/l.

5.8 Ammoniaque, $\rho = 0,91$ g/ml.

5.9 Fluorure de sodium, solution saturée.

Dissoudre 60 g de fluorure de sodium dans 1 l d'eau bouillante. Refroidir à température ambiante et filtrer.

5.10 Acétate de sodium, solution tampon.

Dissoudre 135 g d'acétate de sodium ($\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) dans environ 300 ml d'eau. Ajouter 13 ml d'acide acétique glacial (5.16). S'assurer que le pH est bien compris entre 5 et 5,5. Compléter au volume de 500 ml avec de l'eau.

5.11 Solution étalon de zinc, 0,05 M.

Dans un bécher de 250 ml couvert d'un verre de montre, mettre en solution 3,269 g de zinc de haute pureté par 40 ml d'acide chlorhydrique (1+1) (5.4). Diluer avec 100 ml d'eau. Ajouter 2 gouttes de la solution de rouge de méthyle (5.12). Neutraliser par l'ammoniaque (5.8). Ajouter goutte à goutte de l'acide chlorhydrique (1+1) (5.4) jusqu'au virage au rouge. Transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 1 l. Ajouter 5 ml d'acide chlorhydrique (1+1) (5.4), puis compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

5.12 Rouge de méthyle, solution éthanolique.

Dissoudre 0,02 g de rouge de méthyle dans 100 ml d'éthanol.

5.13 Xylénol-orange, solution à 10 g/l.

5.14 Eau régale.

Mélanger 3 volumes d'acide chlorhydrique (5.2) à 1 volume d'acide nitrique (5.3).

5.15 Cyanol-xylène, solution à 1 g/l.

NOTE L'utilisation de ce réactif est facultative.

5.16 Acide acétique glacial, $\rho = 1,05$ g/ml.

6 Appareillage

Toute la verrerie servant à la préparation des solutions et à la mise en œuvre de la méthode doit être nettoyée avec de l'eau régale bouillante (5.14) avant utilisation.

7 Échantillonnage

Sélectionner et préparer l'échantillon pour essai conformément au mode opératoire décrit dans l'ISO 20081.

8 Mode opératoire

8.1 Prise d'essai

Peser, à 0,001 g près, 5 g de l'échantillon pour essai.

8.2 Dosage

8.2.1 Introduire la prise d'essai (8.1) dans un bécher de 500 ml muni d'un verre de montre et la mettre en solution en ajoutant avec précaution 50 ml d'acide chlorhydrique (1+1) (5.4). Oxyder et parfaire la mise en solution en additionnant quelques gouttes de peroxyde d'hydrogène (5.5).

8.2.2 Ajouter 5 ml de la solution de chlorure d'hydroxylammonium (5.6) pour détruire l'excès de peroxyde d'hydrogène. Chauffer la solution avec précaution.

Compléter à 100 ml avec de l'eau et refroidir à température ambiante. Transvaser quantitativement:

- a) pour les teneurs (fractions massiques) en aluminium ≤ 15 %: dans une fiole jaugée de 250 ml;
- b) pour les teneurs (fractions massiques) en aluminium > 15 %: dans une fiole jaugée de 1 000 ml.

Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

8.2.3 Introduire une partie aliquote de 25 ml dans une fiole conique de 500 ml.

8.2.4 Ajouter successivement:

- a) environ 100 ml d'eau;
- b) la solution d'EDTA:
 - 1) pour les teneurs (fractions massiques) en aluminium ≤ 15 %: 55 ml de la solution d'EDTA (5.7);
 - 2) pour les teneurs (fractions massiques) en aluminium > 15 %: 25 ml de la solution d'EDTA (5.7);
- c) 5 gouttes de la solution de rouge de méthyle (5.12).

NOTE Du bleu de bromothymol peut être utilisé comme indicateur pour la neutralisation au lieu du rouge de méthyle.

8.2.5 Neutraliser exactement par l'ammoniaque (5.8) jusqu'au virage au jaune. Ajouter 25 ml de la solution tampon (5.10).

8.2.6 Faire bouillir durant 2 min à 3 min. Refroidir à température ambiante.

8.2.7 Ajouter 2 à 3 gouttes de la solution de xylénol-orange (5.13).

NOTE Pour certains opérateurs, le point de virage peut encore être plus facilement détectable en ajoutant au maximum 1 ml de solution de cyanol-xylène (5.15).

8.2.8 Titrer l'excès d'EDTA en ajoutant la solution étalon de zinc (5.11) jusqu'au virage au pourpre.

8.2.9 Ajouter 25 ml de la solution de fluorure de sodium (5.9). Faire bouillir durant 2 min à 3 min. Refroidir à température ambiante.

8.3 Mesure volumétrique

Titrer l'EDTA libéré au moyen de la solution étalon de zinc (5.11) jusqu'au virage au pourpre.

9 Calcul et expression des résultats

9.1 Méthode de calcul

La teneur en aluminium, w_{Al} , doit être donnée, en pourcentage en masse:

a) pour les teneurs (fractions massiques) en aluminium ≤ 15 %: par la formule $V \times 0,269 8$;

b) pour les teneurs (fractions massiques) en aluminium > 15 %: par la formule $V \times 1,079 2$;

où V est le volume, en millilitres, de solution étalon de zinc utilisé lors du titrage de l'EDTA libéré (voir 8.3).

Si plusieurs dosages sont effectués, la moyenne de tous les résultats doit être calculée.

Les résultats doivent être exprimés conformément aux spécifications données dans l'ISO 301.

NOTE Le calcul simplifié donné dans a) et b) est basé sur la formule complète suivante:

$$w_{Al} = \frac{V \text{ titrant (ml)} \times 1,349 \text{ (mg/ml)} \times V \text{ final (ml)} \times 1 \text{ (g)} \times 100}{\text{Masse (g)} \times \text{Aliquote (ml)} \times 1000 \text{ (mg)}}$$

9.2 Fidélité

Un essai interlaboratoires de cette méthode mettant en jeu 13 laboratoires a été organisé. Il portait sur 7 échantillons et 5 niveaux de teneur en aluminium.

NOTE 1 Deux des trois déterminations ont été effectuées dans les conditions de répétabilité définies dans l'ISO 5725-1, c'est-à-dire même opérateur, même appareillage, conditions opératoires identiques et période de temps minimale.

NOTE 2 Le troisième dosage a été réalisé à un moment différent (un autre jour) par le même opérateur que celui indiqué dans la Note 1, en utilisant le même appareillage.

Les précisions relatives aux échantillons utilisés et les résultats moyens obtenus sont indiqués dans les Tableaux A.1 et A.2.

Les résultats obtenus ont fait l'objet d'un traitement statistique, conformément à l'ISO 5725-2 et à l'ISO 5725-3.

Les données obtenues ont montré l'existence d'une relation logarithmique entre la teneur en aluminium et les limites de répétabilité (r) d'une part et de reproductibilité (R_w et R) d'autre part des résultats d'essai (voir Note 3), telles que répertoriées dans le Tableau 1. Les données sont représentées graphiquement à la Figure B.1.

NOTE 3 La limite de répétabilité (r) et la limite de reproductibilité (R) ont été calculées selon le mode opératoire décrit dans l'ISO 5725-3, à partir des deux valeurs obtenues le premier jour. La limite de reproductibilité intralaboratoire (R_w) a été calculée selon le mode opératoire décrit dans l'ISO 5725-3, à partir de la première valeur obtenue le premier jour et de celle obtenue le deuxième jour.

Tableau 1 — Limites de répétabilité et de reproductibilité

Teneur en aluminium % (fraction massique)	Limite de répétabilité r	Limites de reproductibilité	
		R_w	R
2	0,028	0,025	0,050
5	0,050	0,050	0,102
10	0,078	0,085	0,175
20	0,120	0,143	0,300
30	0,155	0,195	0,410

10 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit comprendre les indications suivantes:

- a) l'identification de l'échantillon;
- b) la méthode d'essai utilisée (c'est-à-dire la référence à la présente Norme internationale);
- c) la teneur en aluminium, exprimée en pourcentage en masse, en indiquant, si possible, les valeurs individuelles et leur moyenne;
- d) tout événement inhabituel observé au cours du dosage;
- e) toutes les étapes du mode opératoire au-delà de celles spécifiées dans la présente norme, ainsi que tous les incidents susceptibles d'avoir affecté les résultats;
- f) la date du rapport d'essai;
- g) le nom du laboratoire ou de l'organisme d'essai;
- h) la signature du chef du laboratoire ou de toute autre personne responsable.