
**Alliages de zinc — Dosage du
magnésium — Méthode par spectrométrie
d'absorption atomique dans la flamme**

*Zinc alloys — Determination of magnesium content — Flame atomic
absorption spectrometric method*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 3750:2006](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/240088dc-54b9-43f2-9661-7d68e861d3c7/iso-3750-2006)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/240088dc-54b9-43f2-9661-
7d68e861d3c7/iso-3750-2006](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/240088dc-54b9-43f2-9661-7d68e861d3c7/iso-3750-2006)



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 3750:2006](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/240088dc-54b9-43f2-9661-7d68e861d3c7/iso-3750-2006)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/240088dc-54b9-43f2-9661-7d68e861d3c7/iso-3750-2006>

© 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	2
5 Réactifs	2
6 Appareillage	3
7 Échantillonnage	3
8 Mode opératoire	3
9 Calcul et expression des résultats	5
10 Rapport d'essai	6
Annexe A (informative) Informations additionnelles concernant les essais interlaboratoires conduits à l'échelle internationale	7
Annexe B (informative) Représentation graphique des données de fidélité	8

[ISO 3750:2006](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/240088dc-54b9-43f2-9661-7d68e861d3c7/iso-3750-2006)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/240088dc-54b9-43f2-9661-7d68e861d3c7/iso-3750-2006>

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 3750 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 3750:1976), dont elle constitue une révision technique. Elle est basée sur la Norme européenne EN 12441-2:2001, *Zinc et alliages de zinc — Analyse chimique — Partie 2: Dosage du magnésium dans les alliages de zinc — Méthode par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme*.

Alliages de zinc — Dosage du magnésium — Méthode par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme pour le dosage du magnésium dans les alliages de zinc. La méthode s'applique aux produits spécifiés dans l'ISO 301 et l'ISO 752.

Elle convient pour la détermination des teneurs (fractions massiques) du magnésium comprises entre 0,002 % et 0,08 %.

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 752, *Zinc en lingots*
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/240088dc-54b9-43f2-9661-7d68e861d3c7/iso-3750-2006>

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 — Méthodes d'échantillonnage — Spécifications*

3 Termes et définitions

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

3.1 spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme

mesurage de l'absorption d'un rayonnement électromagnétique, émis par un élément à une longueur d'onde déterminée, par un milieu absorbant (flamme) constitué d'atomes du même élément, à l'état fondamental

NOTE Chaque élément absorbe le rayonnement de longueurs d'onde spécifiques et l'intensité du rayonnement absorbé est proportionnelle à la concentration dudit élément.

4 Principe

Mise en solution d'un échantillon d'alliage par un mélange d'acide chlorhydrique et d'acide nitrique puis, après dilution appropriée et nébulisation de la solution au sein d'une flamme air-acétylène (ou protoxyde d'azote-acétylène), dosage du magnésium par spectrométrie d'absorption atomique à la longueur d'onde de 285,21 nm.

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 Mélange acide chlorhydrique-acide nitrique

Mélanger 180 volumes d'acide chlorhydrique (5.2) à 4 volumes d'acide nitrique (5.3). Ce mélange doit être fraîchement préparé juste avant l'emploi.

5.5 Lanthane, solution à 5 %

Introduire 29,5 g d'oxyde de lanthane (La_2O_3) dans un bécher de 400 ml. Ajouter 5 ml d'eau, puis ajouter avec précaution 50 ml d'acide chlorhydrique (5.2). Après dissolution, refroidir à température ambiante. Transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 500 ml. Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

5.6 Zinc, solution à 10 g/l

Mettre en solution 10 g de zinc (99,99 %), exempt de magnésium, (voir 8.3.1), par 60 ml du mélange d'acides (5.4). Évaporer jusqu'à consistance sirupeuse. Reprendre avec de l'eau et transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

5.7 Aluminium, solution à 1,0 g/l

Ajouter 10 ml d'eau à 1,0 g d'aluminium (99,99 %), exempt de magnésium, (voir 8.3.1), puis mettre en solution par une quantité minimale d'acide chlorhydrique (5.2). Chauffer légèrement pour faciliter la mise en solution. Refroidir à température ambiante. Transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser. Après vérification de la teneur en magnésium (voir 8.3.1), transvaser exactement 50 ml dans une fiole jaugée de 500 ml. Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

5.8 Magnésium, solution étalon à 0,5 g/l

Dans un bécher de 250 ml couvert d'un verre de montre, verser 20 ml d'eau, puis 5 ml d'acide chlorhydrique (5.2). Introduire 0,5 g de magnésium d'une pureté au moins égale à 99,95 %, pesé à 0,001 g près. Après mise en solution du métal, refroidir et transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

1 ml de cette solution contient 0,05 mg de magnésium.

5.9 Magnésium, solution étalon à 0,01 g/l

Introduire exactement 20 ml de la solution étalon de magnésium (5.8) dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Ajouter 5 ml d'acide chlorhydrique (5.2). Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

1 ml de cette solution contient 0,01 mg de magnésium.

5.10 Magnésium, solution étalon à 0,001 g/l

Introduire exactement 50 ml de la solution étalon de magnésium (5.9) dans une fiole jaugée de 500 ml. Ajouter 5 ml d'acide chlorhydrique (5.2). Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

1 ml de cette solution contient 0,001 mg de magnésium.

5.11 Eau régale

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

6 Appareillage

6.1 Généralités

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 (5.11) avant utilisation.

6.2 Matériel spécifique

Outre le matériel courant de laboratoire, un spectromètre d'absorption atomique, équipé d'un brûleur alimenté par un mélange air-acétylène ou par un mélange protoxyde d'azote-acétylène, doit être utilisé.

Il convient de manipuler les sources d'excitation conformément aux recommandations du fabricant. Il convient que le parcours optique dans la flamme soit compris entre 5 cm et 10 cm.

7 Échantillonnage

ISO 3750:2006

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/240088dc-54b9-43f2-9661->

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, un échantillon pour essai de 5 g.

8.2 Préparation de la solution pour essai

8.2.1 Introduire la prise d'essai (8.1) dans un bécher de 250 ml muni d'un verre de montre et la mettre en solution en ajoutant avec précaution 40 ml du mélange d'acides (5.4). Évaporer avec précaution jusqu'à consistance sirupeuse, puis, après avoir refroidi à température ambiante, reprendre par 40 ml à 50 ml d'eau. Ajouter 25 ml d'acide chlorhydrique (5.2) et chauffer légèrement pour dissoudre les sels.

8.2.2 Transvaser dans une fiole jaugée de 250 ml. Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

8.2.3 Introduire exactement 10 ml de cette solution (8.2.2) dans une fiole jaugée de 100 ml. Ajouter 4 ml d'acide chlorhydrique (5.2) et 5 ml de la solution de lanthane (5.5). Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

8.3 Préparation des solutions d'étalonnage

8.3.1 Pour vérifier que la teneur en magnésium des solutions (5.6) et (5.7) est suffisamment faible, procéder de la manière suivante:

- introduire respectivement 0 ml et 2 ml de la solution étalon de magnésium (5.10), correspondant à 0 ml et à 0,02 mg/l de magnésium, dans deux fioles jaugées de 100 ml;
- compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser;
- comparer les solutions (5.6) et (5.7) avec ces solutions d'étalonnage par mesurage spectrométrique de l'absorption atomique, tel que spécifié en 8.4.

La réponse du mesurage spectrométrique ne doit pas dépasser celle de la solution à 0,02 mg/l.

8.3.2 Introduire 5 ml d'acide chlorhydrique (5.2) dans chaque fiole d'une série de huit fioles jaugées de 100 ml.

8.3.3 Ajouter *a* ml de la solution de zinc (5.6) et *b* ml de la solution d'aluminium (5.7) dans chacune des fioles conformément au Tableau 1.

Tableau 1 — Volumes *a* et *b*

Teneur (fraction massique) en aluminium %	<i>a</i> ml	<i>b</i> ml
Inférieure à 0,05	20	0
Entre 3,7 et 6,0	19	10
Entre 8,0 et 11,0	18	20
Entre 25 et 28,0	15	50

8.3.4 Ajouter 0,00 ml, 2,00 ml, 5,00 ml, 7,00 ml, 10,0 ml, 12,0 ml, 14,0 ml et 16,0 ml de la solution étalon de magnésium (5.9), correspondant respectivement à des teneurs (fractions massiques) dans la prise d'essai de 0,00 %, 0,01 %, 0,025 %, 0,035 %, 0,05 %, 0,06 %, 0,07 % et 0,08 % de magnésium.

Pour l'analyse des produits ZL6 et ZP0610, préparer 2 solutions d'étalonnage supplémentaires correspondant à des teneurs (fractions massiques) de 0,002 % et 0,005 % de magnésium, en prélevant respectivement des volumes de 4,00 ml et 10,00 ml de la solution étalon de magnésium (5.10).

8.3.5 Ajouter 5 ml de la solution de lanthane (5.5) dans chaque fiole. Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

8.4 Mesures spectrométriques

Mesurer les absorbances des solutions d'étalonnage et de la (des) solution(s) pour essai en alternant les lectures afin de s'assurer que les réglages du brûleur et de l'appareil ne varient pas aux cours des lectures.

La longueur d'onde de la raie utilisée doit être de 285,21 nm.

Si nécessaire, procéder à des dilutions identiques pour les solutions d'étalonnage et la (les) solution(s) pour essai afin de respecter les gammes de concentrations recommandées par le fabricant de l'appareil.

Pour obtenir une meilleure reproductibilité et une meilleure sensibilité, il est recommandé d'utiliser une flamme légèrement réductrice.

9 Calcul et expression des résultats

9.1 Méthode de calcul

Établir une courbe d'étalonnage en portant sur un graphique l'absorbance mesurée pour les solutions d'étalonnage en fonction de la teneur correspondante (fraction massique).

À partir de la courbe d'étalonnage et des absorbances mesurées pour les solutions pour essai, déduire les teneurs en magnésium correspondantes. 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 et l'ISO 752.

9.2 Fidélité

Un essai interlaboratoire de cette méthode mettant en jeu 10 laboratoires a été organisé. Il portait sur 7 échantillons et 4 niveaux de teneur en magnésium. Chaque laboratoire a procédé à trois dosages du magnésium dans chaque échantillon (voir Notes 1 et 2).

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, même étalonnage 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 mais un étalonnage différent.

Les détails relatifs 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. <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/240088dc-54b9-43f2-9661->

Les données obtenues ont montré l'existence d'une relation logarithmique entre la teneur en magnésium 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 2. 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 2 — Limites de répétabilité et de reproductibilité

Teneur en magnésium % (fraction massique)	Limite de répétabilité r	Limites de reproductibilité	
		R_w	R
0,01	0,000 2	0,000 3	0,003 0
0,02	0,000 4	0,000 4	0,002 5
0,05	0,001 0	0,000 7	0,002 0