



Zinc — Dosage du plomb et du cadmium — Méthode polarographique

Zinc — Determination of lead and cadmium contents — Polarographic method

Première édition — 1975-06-01

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 713:1975](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/13070dd6-0beb-4fbb-b07c-ad5d36944512/iso-713-1975)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/13070dd6-0beb-4fbb-b07c-ad5d36944512/iso-713-1975>

CDU 669.5 : 545.33 : 669.4 + 669.73

Réf. n° : ISO 713-1975 (F)

Descripteurs : zinc, analyse chimique, dosage, plomb, cadmium, méthode polarographique.

AVANT-PROPOS

L'ISO (Organisation Internationale de Normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (Comités Membres ISO). L'élaboration de Normes Internationales est confiée aux Comités Techniques 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.

Avant 1972, les résultats des travaux des Comités Techniques étaient publiés comme Recommandations ISO; maintenant, ces documents sont en cours de transformation en Normes Internationales. Compte tenu de cette procédure, le Comité Technique ISO/TC 18 a examiné la Recommandation ISO/R 713 et est d'avis qu'elle peut, du point de vue technique, être transformée en Norme Internationale. La présente Norme Internationale remplace donc la Recommandation ISO/R 713-1968 à laquelle elle est techniquement identique.

La Recommandation ISO/R 713 avait été approuvée par les Comités Membres des pays suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	Espagne	Royaume-Uni
Allemagne	France	Suisse
Belgique	Hongrie	Tchécoslovaquie
Brésil	Inde	Thaïlande
Canada	Irlande	Turquie
Chili	Italie	U.R.R.S.
Corée, Rép.de	Japon	U.S.A.
Corée, Rép. D.P. de	Norvège	Yougoslavie
Égypte, Rép. arabe d'	Nouvelle-Zélande	

Le Comité Membre du pays suivant avait désapprouvé la Recommandation pour des raisons techniques :

Australie

Le Comité Membre du pays suivant a désapprouvé la transformation de la Recommandation ISO/R 713 en Norme Internationale :

Espagne

Zinc – Dosage du plomb et du cadmium – Méthode polarographique

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie une méthode de dosage polarographique simultané du plomb et du cadmium dans les zincs.

La méthode est applicable aux types suivants de zinc : Zn 99,995, Zn 99,99 et Zn 99,95¹⁾, définis dans l'ISO/R 752.

Elle permet la détermination des teneurs en plomb et en cadmium comprises entre 0,001 et 0,05 %.

2 RÉFÉRENCES

ISO/R 752, *Zinc en lingots.*

ISO 3751, *Zinc en lingots – Prélèvement et préparation des échantillons pour analyse chimique.*²⁾

3 PRINCIPE

Dosage polarographique simultané du plomb et du cadmium en milieu chloruré très faiblement acide.

4 RÉACTIFS

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

4.1 Gaz inerte, désoxygéné.

4.2 Acide chlorhydrique, ρ 1,19 g/ml, exempt de plomb et de cadmium.

S'assurer de cette pureté par l'essai suivant :

4.2.1 Prélever trois prises d'essai de 5 g d'un zinc Zn 99,995 ou d'un zinc Zn 99,99 pour moulage sous pression.

4.2.2 Attaquer les première et deuxième prises d'essai par 35 à 40 ml de l'acide chlorhydrique (4.2), comme indiqué en 7.3, à partir de 7.3.2.

4.2.3 Pour la seconde prise d'essai, ajouter 1 ml de la solution étalon (4.9).

4.2.4 Attaquer la troisième prise d'essai par 100 ml de l'acide chlorhydrique (4.2).

4.2.5 L'acide utilisé convient si les différences entre les hauteurs des vagues correspondant aux première et troisième prises d'essai sont plus petites que celles obtenues entre les hauteurs de vagues des première et deuxième prises d'essai. Si ces conditions sont satisfaites, le volume d'acide utilisé pour une mise en solution contient moins de 0,005 mg de plomb et moins de 0,005 mg de cadmium.

4.3 Eau oxygénée, à 30 % (m/m) de H₂O₂.

4.4 Acide nitrique, ρ 1,3 à 1,4 g/ml.

4.5 Chlorhydrate d'hydroxylamine.

4.6 Chlorure de nickel, solution contenant 2 g au litre de NiCl₂·6H₂O.

4.7 Plomb et cadmium, solution étalon n° 1.

Dans un bécher de 100 ml, introduire 0,5 g de plomb métal pur et 0,5 g de cadmium métal pur, pesés à 0,001 g près. Recouvrir d'environ 10 ml d'eau et dissoudre par environ 5 ml de l'acide nitrique (4.4). Chasser les vapeurs nitreuses. Refroidir. Transvaser quantitativement dans un ballon jaugé de 500 ml. Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

1 ml de cette solution contient 1 mg de plomb et 1 mg de cadmium.

4.8 Plomb et cadmium, solution étalon n° 2.

Diluer dix fois la solution étalon de plomb et de cadmium n° 1 (4.7).

1 ml de cette solution contient 0,1 mg de plomb et 0,1 mg de cadmium.

1) Bien que ces types de zinc ne contiennent normalement pas de thallium ou d'indium, ces deux éléments, s'ils sont présents, peuvent interférer dans cette détermination.

2) Actuellement au stade de projet.

4.9 Plomb et cadmium, solution étalon n° 3.

Diluer dix fois la solution étalon de plomb et de cadmium n° 2 (4.8).

1 ml de cette solution contient 0,01 mg de plomb et 0,01 mg de cadmium.

4.10 Chlorure de zinc, solution exempte de plomb et de cadmium.

Dissoudre 100 g de zinc Zn 99,995 dans 400 ml de l'acide chlorhydrique (4.2). Évaporer à consistance sirupeuse. Reprendre par 400 ml d'eau en transvasant dans une fiole jaugée de 500 ml. Ajouter 20 g de poussière de zinc. Agiter de temps en temps durant au moins 30 min. Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser. Laisser déposer. Filtrer la solution sans laver.

1 ml de cette solution contient environ 200 mg de zinc.

Vérifier que les hauteurs des vagues sont inférieures à celles obtenues en ajoutant 0,5 ml de la solution étalon de plomb et de cadmium n° 3 (4.9) à 25 ml de la solution de chlorure de zinc.

Cet essai permet de s'assurer que 25 ml de la solution de chlorure de zinc contiennent moins de 0,005 mg de plomb et moins de 0,005 mg de cadmium.

5 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Polarographe.

5.2 Bain thermostatique.

6 ÉCHANTILLONNAGE

L'échantillonnage doit être effectué conformément aux prescriptions de l'ISO 3751.

7 MODE OPÉRATOIRE

7.1 Prise d'essai

Peser, à 0,01 g près, 5 g de l'échantillon pour essai.

7.2 Tracé de la courbe d'étalonnage

Établir une courbe d'étalonnage de manière à encadrer la teneur présumée.

Soit à réaliser la courbe d'étalonnage définie par trois termes correspondant à des teneurs en plomb et en cadmium de 0,001 – 0,002 et 0,005 %.

7.2.1 Dans une série de béchers de 100 ml, verser 25 ml de la solution de chlorure de zinc (4.10) correspondant à 5 g de zinc métal. Y ajouter respectivement 5 ml, 10 ml et 25 ml de la solution étalon de plomb et de cadmium n° 3 (4.9).

7.2.2 Évaporer à consistance sirupeuse et procéder comme indiqué de 7.3.3 à 7.3.5, puis polarographier selon 7.4.

7.2.3 Tracer la courbe d'étalonnage au moyen des hauteurs des vagues obtenues.

7.3 Dosage

7.3.1 Transvaser la prise d'essai dans un bécher de 100 ml et attaquer par 35 à 40 ml de l'acide chlorhydrique (4.2). Ajouter 2 ou 3 gouttes de l'eau oxygénée (4.3) pour parfaire la dissolution.

NOTE – En cas de mise en solution très difficile, on peut ajouter 2 ml de la solution de chlorure de nickel (4.6) pour activer l'attaque.

7.3.2 Évaporer à consistance sirupeuse jusqu'à l'apparition d'une pellicule solide ou d'une mousse blanche.

7.3.3 Reprendre par l'eau et ajouter éventuellement 1 ou 2 gouttes de l'acide chlorhydrique (4.2) en veillant à obtenir une dissolution complète. Si la teneur présumée en fer est supérieure à 0,01 %, ajouter un ou deux cristaux du chlorhydrate d'hydroxylamine (4.5) (environ 5 mg), puis chauffer légèrement, de manière à éliminer complètement l'influence éventuelle du fer. Laisser refroidir.

7.3.4 Transvaser dans une fiole jaugée de 25 ml et compléter au volume avec de l'eau.

7.3.5 Introduire la quantité appropriée de cette solution dans la cellule polarographique et la placer dans un bain thermostaté. Désoxygéner par barbotage du gaz inerte (4.1), durant au moins 10 min.

7.4 Mesure polarographique

Polarographier entre 0 et – 1 V.

La vague du plomb se situe aux environs de – 0,4 V et celle du cadmium aux environs de – 0,6 V par rapport à l'électrode au mercure ou, respectivement, à – 0,65 V et – 0,85 V par rapport à une électrode saturée au calomel.

8 EXPRESSION DES RÉSULTATS

Lire sur la courbe d'étalonnage la teneur correspondant à la hauteur des vagues obtenues.

9 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 Norme Internationale, ou facultatifs, ainsi que les incidents éventuels susceptibles d'avoir agi sur les résultats.

Le procès-verbal d'essai doit donner tous les renseignements nécessaires à l'identification complète de l'échantillon.