



Alliages de magnésium — Dosage de l'aluminium — Méthode gravimétrique à l'hydroxy-8 quinoléine

iTeh STANDARD PREVIEW

Première édition — 1973-11-15

(standards.iteh.ai)

[ISO 791:1973](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bec01c1f-1cc9-4781-bb13-54a0b25ce89e/iso-791-1973>

CDU 669.721.5 : 546.621 : 543.21

Réf. N° : ISO 791-1973 (F)

Descripteurs : alliage de magnésium, analyse chimique, dosage, aluminium, analyse gravimétrique.

AVANT-PROPOS

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, la Norme Internationale ISO 791 remplace la Recommandation ISO/R 791-1968 établie par le Comité Technique ISO/TC 79, *Métaux légers et leurs alliages*.

Les Comités Membres des pays suivants avaient approuvé la Recommandation :

Afrique du Sud, Rép. d'	Egypte, Rép. arabe d'	Pays-Bas
Allemagne	Espagne	Pologne
Argentine	France	Royaume-Uni
Autriche	Hongrie	Suède
Belgique	Inde	Suisse
Brésil	Irlande	Tchécoslovaquie
Bulgarie	Israël	Turquie
Canada	Italie	U.R.S.S.
Chili	Japon	U.S.A.
Corée, Rép. de	Norvège	Yougoslavie

Aucun Comité Membre n'avait désapprouvé la Recommandation.

Alliages de magnésium — Dosage de l'aluminium — Méthode gravimétrique à l'hydroxy-8 quinoléine

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie une méthode de dosage gravimétrique de l'aluminium dans les alliages de magnésium ne contenant pas de zirconium, de thorium ou de terres rares.

La méthode est applicable aux produits ayant une teneur en aluminium comprise entre 1,5 et 12,0 %.

2 PRINCIPE

Attaque par l'acide chlorhydrique. Précipitation de l'aluminium par le benzoate d'ammonium en milieu acétique réducteur.

Dissolution du précipité et re-précipitation de l'aluminium sous forme d'oxyquinoléate, soit en milieu tampon acétique, soit en présence de cyanure de potassium.

Filtration, lavage, dessiccation du précipité et pesée.

3 RÉACTIFS

Au cours de l'analyse, n'utiliser que de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

3.1 Sulfite de sodium ($\text{Na}_2\text{SO}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$).

3.2 Acide chlorhydrique, ρ 1,19 g/ml, solution 12 N environ.

3.3 Acide chlorhydrique, ρ 1,05 g/ml, solution 3 N environ.

Prélever 25 ml d'acide chlorhydrique (3.2) et compléter le volume à 100 ml avec de l'eau.

3.4 Acide nitrique, ρ 1,33 g/ml, solution 11 N environ.

Prélever 75 ml d'acide nitrique (ρ 1,40 g/ml), solution 15 N environ, et compléter le volume à 100 ml avec de l'eau.

3.5 Ammoniaque, ρ 0,90 g/ml, solution 14,4 N environ.

3.6 Ammoniaque, ρ 0,97 g/ml, solution 3,6 N environ.

Prélever 25 ml d'ammoniaque (3.5) et compléter le volume à 100 ml avec de l'eau.

3.7 Solution tampon réductrice

Dissoudre dans un peu d'eau 50 g de chlorure d'hydroxylammonium ($\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$), 50 g de chlorure d'ammonium (NH_4Cl), 50 ml d'acide acétique cristallisable (ρ 1,05 g/ml), solution 17,4 N environ, et compléter le volume à 1 000 ml avec de l'eau.

3.8 Benzoate d'ammonium, solution à 100 g/l.

Dissoudre 100 g de benzoate d'ammonium ($\text{C}_6\text{H}_5\text{COONH}_4$) dans de l'eau tiède, ajouter 0,001 g de thymol et, après refroidissement, compléter le volume à 1 000 ml avec de l'eau.

3.9 Benzoate d'ammonium, solution de lavage.

Diluer 100 ml de solution de benzoate d'ammonium (3.8) avec 900 ml d'eau et ajouter 20 ml d'acide acétique cristallisable (ρ 1,05 g/ml), solution 17,4 N environ.

3.10 Acide tartrique, solution à 500 g/l.

Dissoudre 500 g d'acide tartrique [$\text{HOOC}(\text{CHOH})_2\text{COOH}$] dans de l'eau et compléter le volume à 1 000 ml.

3.11 Acide acétique, ρ 1,01 g/ml, solution 1,7 N environ.

Prélever 100 ml d'acide acétique cristallisable (ρ 1,05 g/ml) solution 17,4 N environ et compléter le volume à 1 000 ml avec de l'eau.

3.12 Hydroxy-8 quinoléine, solution acétique à 20 g/l.

Dissoudre 20 g d'hydroxy-8 quinoléine ($\text{HO} \cdot \text{C}_6\text{H}_3\text{N} : \text{CH} \cdot \text{CH} : \text{CH}$) dans 80 ml d'acide acétique cristallisable (ρ 1,05 g/ml), solution 17,4 N environ, et compléter le volume à 1 000 ml avec de l'eau.

Conserver dans un flacon en verre foncé.

3.13 Acétate d'ammonium, solution à 600 g/l.

Dissoudre 600 g d'acétate d'ammonium ($\text{CH}_3\text{COONH}_4$) dans de l'eau et compléter le volume à 1 000 ml.

3.14 Cyanure de potassium, solution à 200 g/l.

Dissoudre 20 g de cyanure de potassium (KCN) dans de l'eau et compléter le volume à 100 ml.

3.15 Bleu de bromophénol, solution éthanolique.

Dissoudre 0,20 g de bleu de bromophénol dans 100 ml d'éthanol à 95 % (V/V).

3.16 Rouge neutre, solution éthanolique.

Dissoudre 0,05 g de rouge neutre dans 100 ml d'éthanol à 95 % (V/V).

4 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire.

5 ÉCHANTILLONNAGE

5.1 Échantillon pour laboratoire¹⁾

5.2 Échantillon pour essai

Copeaux, d'une épaisseur inférieure ou égale à 1 mm, obtenus par fraisage ou perçage.

6 MODE OPÉRATOIRE

6.1 Prise d'essai

Masse de la prise d'essai :

0,5 ± 0,001 g pour des teneurs en aluminium comprises entre 1,5 et 5 %

1 ± 0,001 g pour des teneurs en aluminium comprises entre 5 et 12 %.

6.2 Dosage

6.2.1 Attaque de la prise d'essai et préparation de la solution principale

Placer la prise d'essai dans un bécher de capacité appropriée (250 ml par exemple), muni d'un verre de montre; ajouter 25 ml d'eau et ensuite, par petites fractions, de l'acide chlorhydrique (3.2) (5 ml pour une prise d'essai de 0,5 g, 10 ml pour une prise d'essai de 1 g) et 2 ml de l'acide nitrique (3.4). Chauffer pour parfaire l'attaque. S'il reste un résidu, filtrer sur un filtre à texture moyenne, laver le bécher et le résidu 5 ou 6 fois avec de l'eau chaude en ajoutant les eaux de lavage à la solution d'attaque (jeter le résidu). Faire bouillir la solution durant 1 à 2 min. Refroidir, laver le verre de montre et les parois du bécher avec un peu d'eau, puis compléter le volume à 50 ml environ.

Pour une prise d'essai de 1 g, transvaser la solution dans une fiole jaugée de 250 ml, compléter le volume à 250 ml avec de l'eau, mélanger, transvaser 50,0 ml de cette solution dans un bécher de capacité appropriée (250 ml par exemple).

Pour une prise d'essai de 0,5 g, opérer sur la totalité de la solution.

6.2.2 Première précipitation de l'aluminium

Ajouter à la solution 40 ml d'eau, 2 ou 3 gouttes de la solution éthanolique de bleu de bromophénol (3.15) et neutraliser avec la solution d'ammoniaque (3.6) jusqu'au virage au violet de l'indicateur. Ajouter ensuite 20 ml de la solution tampon réductrice (3.7) et 20 ml de la solution de benzoate d'ammonium (3.8). Porter la solution à l'ébullition en agitant, maintenir une ébullition modérée durant 5 min, puis filtrer sur un filtre à texture moyenne. Laver le bécher et le précipité 8 à 10 fois avec la solution de lavage au benzoate d'ammonium (3.9) bouillante. (Jeter le filtrat.)

6.2.3 Précipitation de l'oxyquinoléate d'aluminium

Dissoudre le précipité sur filtre au moyen d'une solution bouillante, préparée en mélangeant 50 ml de l'acide chlorhydrique (3.3) et 10 ml de la solution de l'acide tartrique (3.10), utilisée par petites fractions. Laver le filtre à l'eau chaude et recueillir la solution et les eaux de lavage dans le premier bécher. Transvaser la solution dans un bécher de capacité convenable (400 ml par exemple). Ajouter 1 g de sulfite de sodium (3.1), quelques gouttes de la solution éthanolique de rouge neutre (3.16) et, avec précaution, de l'ammoniaque (3.5) jusqu'au virage au jaune de l'indicateur.

La détermination sera poursuivie selon les modalités indiquées à l'alinéa a) ou à l'alinéa b) ci-après :

a) Précipitation en milieu acétique tamponné

Diluer la solution à 200 ml environ, puis chauffer à 70 °C environ. Ajouter de l'acide acétique (3.11) jusqu'au virage au rouge de l'indicateur puis, en agitant, 40 ml de la solution d'hydroxy-8 quinoléine (3.12) et 50 ml de la solution d'acétate d'ammonium (3.13). Laisser déposer le précipité à 70 °C environ pendant 30 min.

b) Précipitation en présence de cyanure de potassium

Diluer la solution à 250 ml environ, puis ajouter de l'acide acétique (3.11) jusqu'au virage au rouge de l'indicateur. Verser 10 ml de la solution de cyanure de potassium (3.14), chauffer sous une hotte à 70 °C environ. Ajouter lentement et en remuant la solution avec un agitateur 40 ml de la solution d'hydroxy-8 quinoléine (3.12). Laisser déposer le précipité à 70 °C environ durant 30 min.

6.2.4 Filtration, lavage, séchage et pesée de l'oxyquinoléate d'aluminium

Filtrer le précipité sur creuset en verre fritté de porosité comprise entre 3 et 15 µm préalablement taré, en appliquant une faible aspiration, puis laver 6 à 8 fois avec de l'eau chaude. Sécher à l'étuve à 130 °C jusqu'à masse constante. Peser après refroidissement dans un dessiccateur.

1) L'échantillonnage des alliages de magnésium fera l'objet d'une Norme Internationale ultérieure.

7 EXPRESSION DES RÉSULTATS

Calculer la teneur en aluminium, en pourcentage en masse, à l'aide de la formule

$$\text{Al \%}(m/m) = \frac{m_1 \times 0,0587 \times 100 \times R}{m_0}$$

où

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai;

m_1 est la masse, en grammes, de l'ortho-oxyquinoléate d'aluminium correspondant à la partie aliquote prélevée;

R est le rapport entre le volume de la solution principale et le volume de la partie aliquote prélevée;

0,0587 est le facteur de conversion de l'ortho-oxyquinoléate d'aluminium en aluminium.

8 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes :

- a) référence de la méthode utilisée;
- b) résultats, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;
- c) compte-rendu de tous détails particuliers éventuels relevés au cours de l'essai;
- d) compte-rendu de toutes opérations non prévues dans la présente Norme Internationale, ou facultatives.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 791:1973

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bec01c1f-1cc9-4781-bb13-54a0b25ce89e/iso-791-1973>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 791:1973

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bee01c1f-1cc9-4781-bb13-54a0b25ce89e/iso-791-1973>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 791:1973

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bee01c1f-1cc9-4781-bb13-54a0b25ce89e/iso-791-1973>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 791:1973

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bec01c1f-1cc9-4781-bb13-54a0b25ce89e/iso-791-1973>