# NORME INTERNATIONALE 792

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION • МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ • ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

# Magnésium et alliages de magnésium — Dosage du fer — Méthode photométrique à l'orthophénantroline

Première édition — 1973-11-15

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 792:1973
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f28ba2c6-8780-495f-a55e-85e5e304ffa0/iso-792-1973

CDU 669.721 : 546.72 : 543.42

Réf. N° : ISO 792-1973 (F)

**Descripteurs** : magnésium, alliage de magnésium, analyse chimique, dosage, fer, photométrie.



Prix basé sur 3 pages

## 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.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

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 792 remplace la Recommandation ISO/R 792-1968 établie par le Comité Technique ISO/TC 79, *Métaux légers et leurs alliages.*

ISO 792:1973
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f28ba2c6-8780-495f-a55e-85e5e304ffa0/iso-792-1973

Les Comités Membres des pays suivants avaient approuvé la Recommandation :

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

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

Irlande

© Organisation Internationale de Normalisation, 1973 •

Imprimé en Suisse

# Magnésium et alliages de magnésium — Dosage du fer — Méthode photométrique à l'orthophénantroline

## 1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie une méthode de dosage photométrique du fer dans le magnésium et les alliages de magnésium.

La méthode est applicable aux produits ayant une teneur en fer comprise entre 0,002 et 0,05 %.

La méthode n'est pas applicable au cas particulier des alliages de magnésium contenant du zirconium. Ce cas particulier n'est pas traité dans la présente Norme Internationale.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

## 2 PRINCIPE

Attaque par l'acide chlorhydrique. Réduction du fer(III) en fer(II) par le chlorure d'hydroxylammonium.

ISO 792:1973
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f28ba2c6-8780-495f-e55e-85e5e304fba0/iso-792-1973

Formation, en milieu tamponné à pH compris entre 3,5 et 4,5, du complexe fer(II) – orthophénantroline de coloration rouge orangé.

Mesurage photométrique à une longueur d'onde voisine de 510 nm.[1)]

## 3 RÉACTIFS

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

**3.1 Acide chlorhydrique,** $\rho$ 1,1 g/ml, solution 6 N environ.

Prélever 500 ml d'acide chlorhydrique ($\rho$ 1,19 g/ml), solution 12 N environ, et compléter le volume à 1 000 ml avec de l'eau.

**3.2 Chlorure d'hydroxylammonium,** solution à 10 g/l.

Dissoudre 10 g de chlorure d'hydroxylammonium ($NH_2OH{\cdot}HCl$) dans de l'eau et compléter le volume à 1 000 ml.

**3.3 Solution tampon**

Dissoudre 272 g d'acétate de sodium ($CH_3COONa{\cdot}3H_2O$) dans 500 ml d'eau environ, filtrer, ajouter 240 ml d'acide acétique cristallisable ($CH_3COOH$), ($\rho$ 1,05 g/ml), solution 17,4 N environ, et compléter le volume à 1 000 ml avec de l'eau.

**3.4 Orthophénantroline,** solution à 10 g/l.

**3.4.1 Chlorhydrate d'orthophénantroline monohydratée,** solution aqueuse.

Dissoudre 10 g de chlorhydrate d'orthophénantroline monohydratée ($C_{12}H_8N_2{\cdot}HCl{\cdot}H_2O$) dans de l'eau, chauffer doucement pour parfaire la dissolution, refroidir et compléter le volume à 1 000 ml avec de l'eau;

ou, comme variante,

**3.4.2 Orthophénantroline monohydratée,** solution éthanolique.

Dissoudre 10 g d'orthophénantroline monohydratée ($C_{12}H_8N_2{\cdot}H_2O$) dans de l'éthanol à 95 % (*V/V*) et compléter le volume à 1 000 ml avec le même éthanol.

**3.5 Fer,** solution étalon à 0,2 g/l (1 ml contient 0,2 mg de fer).

**3.5.1** Dissoudre 1,404 5 g de sulfate double de fer ferreux et d'ammonium [$(NH_4)_2Fe(SO_4)_2{\cdot}6H_2O$] dans un peu d'eau et ajouter 20 ml d'acide chlorhydrique (3.1). Transvaser la solution dans une fiole jaugée de 1 000 ml et compléter le volume à 1 000 ml avec de l'eau[2)];

ou, comme variante,

**3.5.2** Dissoudre à chaud, dans un bécher de 100 ml couvert d'un verre de montre, 0,286 0 g d'oxyde ferrique ($Fe_2O_3$) pur, préalablement calciné à 600 °C, dans 30 ml d'acide chlorhydrique (3.1). Après refroidissement, transvaser la solution dans une fiole jaugée de 1 000 ml, et compléter le volume à 1 000 ml avec de l'eau.

---

1) Le cuivre éventuellement présent, pouvant gêner s'il se trouve en quantité notable, est éliminé en grande partie lors de l'attaque. Parmi les éléments normalement présents dans le magnésium et ses alliages, certains n'interfèrent pas, tandis que d'autres forment, avec l'orthophénantroline, des complexes solubles incolores qui n'absorbent pas à la longueur d'onde à laquelle est effectuée le mesurage photométrique.

2) Lorsque le degré de pureté du sulfate double de fer ferreux et d'ammonium n'est pas connu, déterminer le titre exact à l'aide de dichromate de potassium et modifier en conséquence la masse devant être prélevée pour la solution étalon de fer (3.5).

**3.6 Fer,** solution étalon à 0,01 g/l (1 ml contient 0,01 mg de fer)

Transvaser 50,0 ml de la solution étalon de fer (3.5) dans une fiole jaugée de 1 000 ml et compléter ensuite le volume à 1 000 ml avec de l'eau. Préparer la solution au moment de son emploi.

## 4 APPAREILLAGE

### 4.1 Matériel courant de laboratoire

La verrerie doit être soigneusement lavée avec de l'acide chlorhydrique chaud, abondamment rincée à l'eau et, enfin, à l'eau distillée.

**4.2 Spectrophotomètre,** ou

**4.3 Photocolorimètre.**

## 5 ÉCHANTILLONNAGE

### 5.1 Échantillon pour laboratoire[1)]

### 5.2 Échantillon pour essai

Prélever sur l'échantillon pour laboratoire, au moyen d'un foret en bronze au béryllium ou à partie rapportée en carbure de tungstène, des copeaux d'épaisseur égale ou inférieure à 1 mm. Percer un avant-trou de 2 à 3 mm de profondeur et rejeter les premiers copeaux. Continuer à percer en recueillant les copeaux avec précaution et les conserver en flacons de verre ou en sachets en matière plastique.

## 6 MODE OPÉRATOIRE

### 6.1 Prise d'essai

Masse de la prise d'essai :

0,5 ± 0,001 g pour des teneurs en fer comprises entre 0,01 et 0,05 %

1 ± 0,001 g pour des teneurs en fer comprises entre 0,002 et 0,01 %

### 6.2 Tracé de la courbe d'étalonnage

Introduire dans une série de quinze fioles jaugées de 100 ml, respectivement 0 (solution de compensation) – 2,0 – 4,0 – 6,0 – 8,0 – 10,0 – 12,0 – 14,0 – 16,0 – 18,0 – 20,0 – 22,0 – 24,0 – 26,0 et 28,0 ml de la solution étalon de fer (3.6) contenant 0,01 mg de fer par millilitre.

Diluer chaque solution à 50 ml environ, ajouter 4 ml de la solution de chlorure d'hydroxylammonium (3.2), 15 ml de la solution tampon (3.3) et 2 ml de la solution d'orthophénantroline (3.4), compléter le volume à 100 ml et agiter. Après 30 min, effectuer les mesurages photométriques au maximum de la courbe d'absorption (longueur d'onde voisine de 510 nm), après avoir ajusté l'appareil au zéro d'absorbance par rapport à la solution de compensation.

Tracer un graphique en portant, par exemple, sur l'axe des abscisses les valeurs des quantités de fer contenues dans 100 ml et, sur l'axe des ordonnées, les valeurs correspondantes de l'absorbance.

### 6.3 Essai à blanc

Dans un bécher de 100 ml, forme haute, introduire la quantité de l'acide chlorhydrique (3.1) employée pour l'attaque de la prise d'essai (15 ml pour une prise d'essai de 1 g ou 7,5 ml pour une prise d'essai de 0,5 g). Évaporer presque à sec (0,2 ml environ) au bain-marie. Reprendre avec un peu d'eau et transvaser la solution et les eaux de lavage dans une fiole jaugée de 100 ml. Diluer à 50 ml avec de l'eau et poursuivre selon les modalités décrites en 6.4.2.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

### 6.4 Dosage

#### 6.4.1 *Attaque de la prise d'essai*

ISO 792:1973
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/28ba2e0-8780-4951-a55e-85e5e304ffa0/iso-792-1973

Placer la prise d'essai dans un bécher de capacité appropriée (150 ml par exemple) muni d'un verre de montre, ajouter 10 ml d'eau puis, par petites fractions, l'acide chlorhydrique (3.1), (15 ml pour une prise d'essai de 1 g ou 7,5 ml pour une prise d'essai de 0,5 g). Chauffer pour parfaire l'attaque. S'il reste un résidu, filtrer sur un filtre à texture moyenne et laver le bécher et le résidu 5 ou 6 fois avec de l'eau chaude. Évaporer la solution au bain-marie jusqu'à consistance sirupeuse (c'est-à-dire un volume de 4 ml environ pour une prise d'essai de 0,5 g et de 8 ml environ pour une prise d'essai de 1 g). Ajouter 10 ml d'eau et transvaser la solution dans une fiole jaugée de 100 ml. Laver le bécher avec de petites quantités d'eau en recueillant les eaux de lavage dans la même fiole jaugée et diluer à 50 ml environ avec de l'eau. Laisser refroidir.

#### 6.4.2 *Réaction colorée*

Selon qu'il s'agit de magnésium pur ou d'alliages de magnésium, procéder comme suit :

a) magnésium pur

Dans la fiole jaugée contenant la solution de la prise d'essai, ajouter 4 ml de la solution de chlorure d'hydroxylammonium (3.2), 15 ml de la solution-tampon (3.3) et 2 ml de la solution d'orthophénantroline (3.4). Compléter le volume à 100 ml avec de l'eau et mélanger.

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

b) alliages de magnésium

Dans la fiole jaugée contenant la solution de la prise d'essai, ajouter 4 ml de la solution de chlorure d'hydroxylammonium (3.2), 15 ml de la solution-tampon (3.3) et 6 ml de la solution d'orthophénantroline (3.4) dans le cas d'alliages de magnésium à teneurs en zinc inférieures à 2 %, ou 12 ml de la solution d'orthophénantroline (3.4) dans le cas d'alliages de magnésium à teneurs en zinc comprises entre 2 et 4 %. Compléter le volume à 100 ml avec de l'eau et homogénéiser.

### 6.4.3 *Mesures photométriques*

Après 30 min, effectuer le mesurage photométrique selon les modalités exposées pour le tracé de la courbe d'étalonnage, après avoir ajusté l'appareil au zéro d'absorbance sur la solution de l'essai à blanc.

## 7 EXPRESSION DES RÉSULTATS

À l'aide de la courbe d'étalonnage, déterminer la quantité de fer (en milligrammes) correspondant à la valeur de la mesure photométrique de la solution de la prise d'essai.

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

$$\text{Fe \% } (m/m) = \frac{m_1}{10\, m_0}$$

où

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

$m_1$ est la masse, en milligrammes, de fer trouvé dans la solution de la prise d'essai.

## 8 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

Le procès-verbal 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 792:1973
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f28ba2c6-8780-495f-a55e-85e5e304ffa0/iso-792-1973

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 792:1973
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f28ba2c6-8780-495f-a55e-85e5e304ffa0/iso-792-1973

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 792:1973
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f28ba2c6-8780-495f-a55e-85e5e304ffa0/iso-792-1973

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 792:1973
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f28ba2c6-8780-495f-a55e-85e5e304ffa0/iso-792-1973