NORME INTERNATIONALE 794

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

Magnésium et alliages de magnésium — Dosage du cuivre — Méthode photométrique à l'oxalyldihydrazide

Magnesium and magnesium alloys — Determination of copper content — Oxalyldihydrazide photometric method

Première édition — 1976-02-01

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 794:1976
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/18b12789-b055-44f3-9852-f6169a37acd2/iso-794-1976

CDU 669.721 : 546.56 : 543.4

Réf. nº : ISO 794-1976 (F)

Descripteurs : magnésium, alliage de magnésium, analyse chimique, dosage, cuivre.

Prix basé sur 3 pages

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 79 a examiné la Recommandation ISO/R 794 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 794-1968 à laquelle elle est techniquement identique.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 794:1976
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/18b12789-b055-44f3-9852-f6169a37acd2/iso-794-1976

La Recommandation ISO/R 794 avait été approuvée par les Comités Membres des pays suivants :

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

Aucun Comité Membre n'avait désapprouvé la Recommandation.

Le Comité Membre du pays suivant a désapprouvé la transformation de la Recommandation ISO/R 794 en Norme Internationale :

Suisse

© **Organisation Internationale de Normalisation, 1976** •

Imprimé en Suisse

Magnésium et alliages de magnésium — Dosage du cuivre — Méthode photométrique à l'oxalyldihydrazide

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie une méthode à l'oxalyldihydrazide de dosage photométrique du cuivre dans le magnésium et les alliages de magnésium.

La méthode est applicable au dosage du cuivre aux teneurs comprises entre 0,002 et 0,4 % (*m/m*).

La méthode n'est pas applicable au cas particulier des alliages de magnésium contenant du zirconium.

2 PRINCIPE

Attaque par l'acide chlorhydrique.

Formation à pH compris entre 8,8 et 9,3, en présence d'acétaldéhyde, du complexe cuivre-oxalyldihydrazide de coloration violette, l'intervalle de pH optimal étant obtenu par addition d'une quantité contrôlée d'ammoniaque.

Mesurage spectrophotométrique à une longueur d'onde aux environs de 540 nm.[1)]

3 RÉACTIFS

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

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

3.2 Acide nitrique, ρ 1,23 g/ml, solution 7,4 N environ.

Prélever 50 ml d'acide nitrique, ρ 1,40 g/ml, solution 15 N environ, et compléter le volume à 100 ml avec de l'eau.

3.3 Peroxyde d'hydrogène, à 36 %, ρ 1,12 g/ml (120 volumes environ).

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

3.5 Acide citrique, solution à 500 g/l.

Dissoudre 500 g d'acide citrique monohydraté ($C_6H_8O_7.H_2O$) dans de l'eau et compléter le volume à 1000 ml.

3.6 Acétaldéhyde, solution à 400 g/l.

Dans une fiole jaugée de 1000 ml, introduire 400 g d'acétaldéhyde (CH_3CHO) et refroidir (à 5 °C environ); ajouter lentement de l'eau distillée refroidie (à 5 °C environ) et compléter le volume à 1000 ml.

Conserver à une température de 15 °C environ.

NOTE — Comme un échauffement se produit lors du mélange de l'eau et de l'acétaldéhyde, et comme l'acétaldéhyde est très volatil (température d'ébullition 21 °C), il est conseillé de refroidir le récipient dans lequel est effectué le mélange avec de l'eau froide.

3.7 Oxalyldihydrazide, solution à 2,5 g/l.

Dissoudre 2,5 g d'oxalyldihydrazide ($C_2H_6N_4O_2$) dans l'eau tiède (40 à 50 °C), et, après refroidissement à 20 °C, compléter le volume à 1000 ml. Filtrer si nécessaire.

3.8 Cuivre, solution étalon correspondant à 1 g de Cu par litre.

3.8.1 Dans un bécher de capacité appropriée (400 ml par exemple), forme haute, dissoudre 1 g de cuivre électrolytique (titre supérieur ou égal à 99,95 %) dans 10 ml de l'acide nitrique (3.2) auxquels ont été ajoutés 20 ml d'eau. Couvrir avec un verre de montre. Quand la dissolution est complète, évaporer au bain-marie jusqu'au début de cristallisation. Reprendre avec de l'eau, transvaser dans une fiole jaugée de 1000 ml, rincer et, après refroidissement, compléter le volume à 1000 ml avec de l'eau.

Ou, comme variante,

3.8.2 Dissoudre 3,929 6 g de sulfate de cuivre(II) cristallisé pentahydraté ($CuSO_4.5H_2O$) dans l'eau et compléter le volume à 1000 ml.

1 ml de cette solution contient 1 mg de cuivre.

3.9 Cuivre, solution étalon correspondant à 0,05 g de Cu par litre.

Prélever 50,0 ml de la solution étalon (3.8), les introduire dans une fiole jaugée de 1000 ml et compléter le volume à 1000 ml avec de l'eau.

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

1) L'aluminium est complexé par l'acide citrique. Les éléments d'alliages ou les impuretés présents dans le magnésium et ses alliages n'interfèrent pas.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 794:1976
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8b1b2f7e-a0ec-4b1c-9f59-b055-44f3-9959-8b1b2f7ea0c/iso-794-1976

3.10 Cuivre, solution étalon correspondant à 0,005 g de Cu par litre.

Transvaser 50,0 ml de la solution étalon (3.9) dans une fiole jaugée de 500 ml et compléter le volume à 500 ml avec de l'eau.

1 ml de cette solution contient 5 µg de cuivre.

Préparer au moment de l'emploi.

3.11 Cuivre, solution étalon correspondant à 0,0025 g de Cu par litre.

Transvaser 50,0 ml de la solution étalon (3.9), les introduire dans une fiole jaugée de 1000 ml et compléter le volume à 1000 ml avec de l'eau.

1 ml de cette solution contient 2,5 µg de cuivre.

Préparer au moment de l'emploi.

4 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et

4.1 pH-mètre, muni d'une électrode en verre.

4.2 Électrophotomètre ou **spectrophotomètre,** longueur d'onde aux environs de 540 nm.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 794-1976
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/18b12780-1055-44f9-9852-f6169a37acd2/iso-794-1976

5 ÉCHANTILLONNAGE

5.1 Échantillon pour laboratoire[1)]

5.2 Échantillon pour essai

Des copeaux d'épaisseur non supérieure à 1 mm doivent être obtenus par perçage ou fraisage de l'échantillon pour laboratoire.

6 MODE OPÉRATOIRE

6.1 Courbe d'étalonnage

6.1.1 *Mise en solution dans l'acide chlorhydrique*

Dans un bécher de 250 ml, introduire 20 ml de l'acide chlorhydrique (3.1) et 1 ml de l'eau oxygénée (3.3), puis évaporer presque complètement le liquide. Ajouter 50 ml d'eau, porter à l'ébullition durant 5 min environ, refroidir et transvaser en fiole jaugée de 200 ml. Compléter le volume à 200 ml avec de l'eau.

6.1.2 *Essai préliminaire de contrôle du pH*

Dans un bécher de capacité appropriée (50 ou 100 ml par exemple), introduire 10 ml de la solution d'acide chlorhydrique (6.1.1), 10 ml de la solution étalon de cuivre (3.10), 2 ml de la solution d'acide citrique (3.5), agiter et ajouter ensuite 10 ml de la solution d'acétaldéhyde (3.6).

À l'aide d'une pipette graduée ou d'une burette, ajouter, en agitant, de l'ammoniaque (3.4) en quantité suffisante de façon à amener à 9 environ (8,9 à 9,2) la valeur du pH de la solution.

Noter le nombre de millilitres d'ammoniaque employés pour la correction du pH (quantité de l'ordre de 5,5 à 7 ml). Cette solution d'essai doit être rejetée.

6.1.3 *Tracé de la courbe d'étalonnage*

Introduire, dans une série de neuf fioles jaugées de 50 ml, 10 ml de la solution d'acide chlorhydrique (6.1.1), puis, respectivement 0 (solution de compensation) 2,0 – 4,0 – 6,0 – 8,0 et 10,0 ml de la solution étalon de cuivre (3.11), et, dans les trois fioles restantes, respectivement 6,0 – 8,0 et 10,0 ml de la solution étalon de cuivre (3.10). Ajouter dans chaque fiole 2 ml de la solution d'acide citrique (3.5) et agiter, puis ajouter 10 ml de la solution d'acétaldéhyde (3.6) et la quantité d'ammoniaque (3.4) déterminée par l'essai préliminaire de contrôle du pH indiqué en 6.1.2. Refroidir à 20 °C environ et, enfin, ajouter 10 ml de la solution d'oxalyldihydrazide (3.7).

Compléter le volume à 50 ml avec de l'eau et agiter. Après 45 min, effectuer les mesurages photométriques au maximum de la courbe d'absorption (longueur d'onde aux environs de 540 nm), après avoir ajusté l'appareil au zéro d'absorbance sur la solution de compensation.

Tracer un graphique en portant, par exemple, sur l'axe des abscisses les quantités de cuivre contenues dans 50 ml et, sur l'axe des ordonnées, les valeurs correspondantes de l'absorbance.

6.2 Prise d'essai

Effectuer la pesée de la prise d'essai avec une précision de ± 0,001 g, suivant les quantités indiquées au tableau.

6.3 Dosage

6.3.1 *Attaque de la prise d'essai*

La prise d'essai, la dilution de la solution principale et la partie aliquote à prélever selon la teneur présumée en cuivre sont indiquées dans le tableau.

Introduire la prise d'essai dans un bécher de forme haute et de capacité appropriée (250 ml par exemple). Ajouter environ 20 ml d'eau puis, par petites fractions, 20 ml de l'acide chlorhydrique (3.1). Couvrir avec un verre de montre et, si nécessaire, chauffer doucement pour faciliter l'attaque. Ajouter, goutte à goutte, 1 ml de l'eau oxygénée (3.3), porter à ébullition et évaporer jusqu'à l'obtention d'une masse pâteuse.

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

TABLEAU

Teneur en cuivre présumée	Masse de la prise d'essai	Volume de la solution principale	Volume de la partie aliquote à prélever	Masse de cuivre présente dans l'aliquote
%	g	ml	ml	µg
de 0,002 à 0,02	2	100	10,0	4 à 40
plus de 0,02 à 0,08	1	200	10,0	10 à 40
plus de 0,08 à 0,2	1	500	10,0	16 à 40
plus de 0,2 à 0,4	1	500	5,0	20 à 40

Reprendre avec environ 50 ml d'eau chaude et chauffer pour faciliter la solubilisation des sels. Laisser refroidir, filtrer si nécessaire sur filtre à texture moyenne et recueillir le filtrat dans la fiole jaugée correspondante (voir colonne «Volume de la solution principale» du tableau. Rincer le bécher et le filtre à l'eau chaude et ajouter les eaux de lavage à la solution principale.

Après refroidissement à température ambiante, compléter au volume avec de l'eau et agiter.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

6.3.2 *Essai préliminaire de contrôle du pH*

ISO 794:1976
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/18012789-b055-44f3-9852-f6169a37acd2/iso-794-1976

Prélever la partie aliquote spécifiée dans le tableau et l'introduire dans un bécher de capacité appropriée (50 ou 100 ml par exemple) et ajouter environ 10 ml d'eau. Ajouter 4 ml de la solution d'acide citrique (3.5) si la prise d'essai est de 2 g, ou 2 ml si la prise d'essai est de 1 g. Agiter et ajouter ensuite 10 ml de la solution d'acétaldéhyde (3.6).

À l'aide d'une pipette graduée ou d'une burette, verser, en agitant, l'ammoniaque (3.4) en quantité suffisante pour amener à 9 environ (8,9 à 9,2) le pH de la solution.

Noter le nombre de millilitres d'ammoniaque employés pour la correction du pH (quantité de l'ordre de 5,5 à 7 ml). Cette solution d'essai doit être rejetée.

6.3.3 *Réaction colorée*

Introduire, dans une fiole jaugée de 50 ml, une partie aliquote de la solution principale de même volume que celle utilisée pour le contrôle du pH. Ajouter, selon la prise d'essai utilisée, 4 ml de la solution d'acide citrique (3.5) si la prise d'essai est de 2 g, ou 2 ml si la prise d'essai est de 1 g, et agiter.

Ajouter ensuite 10 ml de la solution d'acétaldéhyde (3.6) et la quantité de l'ammoniaque (3.4) déterminée par l'essai préliminaire (voir 6.3.2); puis refroidir à 20 °C environ et, enfin, ajouter 10 ml de la solution d'oxalyldihydrazide (3.7). Compléter le volume à 50 ml avec de l'eau et agiter.

6.3.4 *Essai à blanc*

Dans un bécher de forme haute et de capacité appropriée (250 ml par exemple), introduire 20 ml de l'acide chlorhydrique (3.1) et 1 ml de l'eau oxygénée (3.3). Couvrir avec un verre de montre et évaporer presque complètement. Reprendre avec de l'eau et transvaser la solution dans une fiole jaugée dont la capacité est la même que celle de la fiole utilisée pour la solution de la prise d'essai et compléter au volume à température ambiante.

Prélever une partie aliquote correspondant à celle de l'essai de réaction colorée et contrôler la valeur du pH en suivant la technique décrite en 6.3.2.

Prélever ensuite une deuxième partie aliquote de la solution de l'essai à blanc et opérer suivant le mode opératoire décrit en 6.3.

6.3.5 *Mesure photométrique*

Après 45 min, effectuer le mesurage photométrique de la solution colorée au maximum de la courbe d'absorption (longueur d'onde d'environ 540 nm) après avoir ajusté l'appareil au zéro d'absorbance par rapport à la solution de l'essai à blanc.

7 EXPRESSION DES RÉSULTATS

À l'aide de la courbe d'étalonnage (6.1.3), déterminer la quantité de cuivre correspondant à la valeur de la mesure photométrique de la partie aliquote de la solution principale.

La teneur en cuivre (Cu) est donnée, en pourcentage en masse, par la formule

$$\frac{m_1 \times D}{10\, m_0}$$

où

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

m_1 est la masse, en milligrammes, de cuivre contenu dans la partie aliquote prélevée de la solution principale;

D est le rapport entre le volume de la solution principale de la prise d'essai et le volume de la partie aliquote prélevée.

8 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

Le procès-verbal d'essai doit contenir les indications suivantes :

a) référence à 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 de toutes opérations facultatives.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 794:1976
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/18b12789-b055-44f3-9852-f6169a37acd2/iso-794-1976

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 794:1976
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/18b12789-b055-44f3-9852-f6169a37acd2/iso-794-1976

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 794:1976
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/18b12789-b055-44f3-9852-f6169a37acd2/iso-794-1976