

# ISO

ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

## RECOMMANDATION ISO R 807

ANALYSE CHIMIQUE DU MAGNÉSIUM ET DES ALLIAGES DE MAGNÉSIUM

DOSAGE POLAROGRAPHIQUE DU ZINC  
(Teneur en zinc comprise entre 0,1 et 4 %)

---

1<sup>ère</sup> ÉDITION  
Août 1968

### REPRODUCTION INTERDITE

Le droit de reproduction des Recommandations ISO et des Normes ISO est la propriété des Comités Membres de l'ISO. En conséquence, dans chaque pays, la reproduction de ces documents ne peut être autorisée que par l'organisation nationale de normalisation de ce pays, membre de l'ISO.

Seules les normes nationales sont valables dans leurs pays respectifs.

Imprimé en Suisse

Ce document est également édité en anglais et en russe. Il peut être obtenu auprès des organisations nationales de normalisation.



## HISTORIQUE

La Recommandation ISO/R 807, *Analyse chimique du magnésium et des alliages de magnésium – Dosage polarographique du zinc (Teneur en zinc comprise entre 0,1 et 4 %)*, a été élaborée par le Comité Technique ISO/TC 79, *Métaux légers et leurs alliages*, dont le Secrétariat est assuré par l'Association Française de Normalisation (AFNOR).

Les travaux relatifs à cette question furent entrepris par le Comité Technique en 1957 et aboutirent, en 1965, à l'adoption d'un Projet de Recommandation ISO.

En décembre 1966, ce Projet de Recommandation ISO (N° 1128) fut soumis à l'enquête de tous les Comités Membres de l'ISO. Il fut approuvé, sous réserve de quelques modifications d'ordre rédactionnel, par les Comités Membres suivants :

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

Un Comité Membre se déclara opposé à l'approbation du Projet :

Royaume-Uni

Le Projet de Recommandation ISO fut alors soumis par correspondance au Conseil de l'ISO qui décida, en août 1968, de l'accepter comme RECOMMANDATION ISO.

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO/R 807:1968

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/05188365-87d8-43ed-8ab1-9aac8a209d8c/iso-r-807-1968>

## ANALYSE CHIMIQUE DU MAGNÉSIUM ET DES ALLIAGES DE MAGNÉSIUM

## DOSAGE POLAROGRAPHIQUE DU ZINC

(Teneur en zinc comprise entre 0,1 et 4 %)

## 1. OBJET

La présente Recommandation ISO décrit une méthode de dosage polarographique du zinc dans le magnésium et les alliages de magnésium qui ne contiennent pas de zirconium.

La méthode est applicable au dosage des teneurs en zinc comprises entre 0,1 et 4 %.

## 2. PRINCIPE

Dosage polarographique en milieu citrate d'ammonium et chlorure d'ammonium à pH 9 environ. Le zinc est réduit aux environs de  $-1,2$  volt.

## 3. RÉACTIFS

3.1 *Chlorure d'ammonium* ( $\text{NH}_4\text{Cl}$ ).

3.2 *Magnésium pur* (titre 99,99 %).

3.3 *Acide chlorhydrique*,  $d = 1,19$  (12 N environ).

3.4 *Acide citrique* à 400 g au litre.

Dissoudre dans de l'eau 40 g d'acide citrique cristallisé ( $\text{H}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ) et compléter le volume à 100 ml.

3.5 *Ammoniaque*,  $d = 0,90$  (14,4 N environ).

3.6 "Suppresseur"

3.6.1 *Solution de gomme arabique* à 10 g au litre.

A 1 g de gomme arabique ajouter, par petites quantités et en agitant, 100 ml d'eau. Préparer au moment de l'emploi.

3.6.2 *Solution de tylose* à 20 g au litre.

A 2 g de tylose (méthyl - éthyl cellulose; viscosité 100 centipoises) ajouter, par petites quantités et en agitant, 100 ml d'eau. Ne pas chauffer.

3.6.3 *Solution de Triton X-100* à 1 g au litre.

Dissoudre dans de l'eau 0,1 g de Triton X-100 ( $p\text{-C}_8\text{H}_17\text{C}_6\text{H}_4(\text{OCH}_2\text{CH}_2)_n\text{OH}$ ) et compléter le volume à 100 ml.

3.7 *Solution de sulfite de sodium* à 200 g au litre.

Dissoudre dans de l'eau 20 g de sulfite de sodium anhydre ( $\text{Na}_2\text{SO}_3$ ) et compléter le volume à 100 ml. Préparer au moment de l'emploi.

3.8 *Solution étalon de zinc* à 2 g au litre (1 ml contient 2 mg de zinc).

Dissoudre 2 g de zinc très pur dans 30 ml d'acide chlorhydrique (3.3) et ajouter 30 ml d'eau. Quand la dissolution est complète, transvaser dans une fiole jaugée de 1000 ml et compléter au volume avec de l'eau.

3.9 *Solution étalon de zinc* à 0,5 g au litre (1 ml contient 0,5 mg de zinc).

Prélever 50 ml de solution étalon de zinc (3.8), les placer dans une fiole jaugée de 200 ml et compléter au volume avec de l'eau.

#### 4. APPAREILLAGE

4.1 *Matériel courant de laboratoire*

Tous les appareils jaugés doivent être conformes aux normes nationales.

4.2 *Polarographe*

4.3 *Enceinte thermostatique*

#### 5. ÉCHANTILLONNAGE

5.1 *Echantillon pour laboratoire*

Voir les normes nationales appropriées d'échantillonnage.

5.2 *Echantillon pour essai*

Des copeaux d'une épaisseur ne dépassant pas 1 mm seront obtenus à partir de l'échantillon pour laboratoire par forage ou fraisage.

#### 6. MODE OPÉRATOIRE

6.1 *Tracé de la courbe d'étalonnage*

Dans une série de sept béchers de forme haute et de capacité convenable, introduire 1 g de magnésium pur (3.2). Ajouter dans chaque bécher 10 ml d'eau et, par petites quantités, 8 ml d'acide chlorhydrique (3.3). Une fois l'attaque terminée, faire bouillir pendant quelques minutes et transférer les solutions dans autant de fioles jaugées de 100 ml.

Introduire ensuite respectivement 0 (essai à blanc) – 5 – 10 – 15 – 20 ml de solution étalon de zinc (3.9) et, dans les deux fioles restantes, 7,5 et 10 ml de solution étalon de zinc (3.8), correspondant à 0 – 2,5 – 5 – 7,5 – 10 – 15 – 20 mg de zinc.

Ajouter, en mélangeant soigneusement après chaque addition,

- 20 ml de solution d'acide citrique (3.4),
- 5 g de chlorure d'ammonium cristallisé (3.1),
- 13 ml d'ammoniaque (3.5),
- 2 ml de solution de suppresseur (3.6.1 ou 3.6.2 ou 3.6.3),
- 4 ml de solution de sulfite de sodium (3.7).

Compléter le volume à 100 ml avec de l'eau.

Introduire une partie des solutions dans des cuves polarographiques et placer celles-ci dans l'enceinte thermostatique à 25 °C. Effectuer les mesures polarographiques.

Rapporter sur un graphique les données correspondant aux différentes concentrations de zinc, corrigées en fonction de la teneur éventuelle en zinc des réactifs (essai à blanc).

## 6.2 Prise d'essai

- a) Pour une teneur en zinc présumée inférieure ou égale à 2 ‰, peser 1,0 g de l'échantillon pour essai (voir paragraphe 5.2) avec une précision de  $\pm 0,001$  g.
- b) Pour une teneur en zinc présumée supérieure à 2 ‰, peser 0,5 g de l'échantillon pour essai (voir paragraphe 5.2) avec une précision de  $\pm 0,001$  g.

## 6.3 Dosage

6.3.1 *Attaque de la prise d'essai.* Placer la prise d'essai dans un bécher de forme haute et de capacité convenable (250 ml par exemple). Dans le cas d'une prise d'essai de 0,5 g, ajouter 0,5 g de copeaux de magnésium pur (3.2).

Ajouter 10 ml d'eau et, par petites quantités, 8 ml d'acide chlorhydrique (3.3). Une fois la réaction terminée, faire bouillir pendant quelques minutes puis transvaser dans une fiole jaugée de 100 ml. S'il y a un résidu, filtrer sur filtre à texture moyenne en lavant à l'eau et recueillir le filtrat et les eaux de lavage dans une fiole jaugée de 100 ml.

Ajouter, en mélangeant soigneusement après chaque addition,

- 20 ml de solution d'acide citrique (3.4),
- 5 g de chlorure d'ammonium cristallisé (3.1),
- 13 ml d'ammoniaque (3.5),
- 2 ml de solution de supprimeur (3.6.1 ou 3.6.2 ou 3.6.3)
- 4 ml de solution de sulfite de sodium (3.7).

Compléter le volume à 100 ml avec de l'eau.

Introduire une partie de la solution dans une cuve polarographique; placer celle-ci dans l'enceinte thermostatique à 25 °C et effectuer la mesure polarographique.

6.3.2 *Essai à blanc.* Attaquer de la même façon que précédemment 1 g de magnésium pur (3.2) et poursuivre selon la technique décrite au paragraphe 6.3.1.

## 7. EXPRESSION DES RÉSULTATS

Déterminer au moyen de la courbe d'étalonnage la quantité de zinc, exprimée en milligrammes, contenue dans 100 ml de solution.

Le pourcentage, en masse, de zinc est calculé d'après la formule suivante :

$$\text{Zn } \% \text{ (m/m)} = \frac{A - B}{10 E}$$

où

- A* est la masse, en milligrammes, de zinc trouvée dans la solution de la prise d'essai,
- B* est la masse, en milligrammes, de zinc trouvée dans la solution de l'essai à blanc,
- E* est la masse, en grammes, de la prise d'essai.