NORME INTERNATIONALE 809

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

Magnésium et alliages de magnésium — Dosage du manganèse — Méthode photométrique au périodate (Teneur en manganèse comprise entre 0,01 et 0,8 %)

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Première édition — 1973-12-01

ISO 809:1973
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/eb445aad-c378-45ef-949f-4c07c6c68994/iso-809-1973

CDU 669.721 : 546.711 : 543.42

Réf. N° : ISO 809-1973 (F)

Descripteurs : magnésium, alliage de magnésium, analyse chimique, dosage, manganèse, photométrie.

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 809 remplace la Recommandation ISO/R 809-1968 établie par le Comité Technique ISO/TC 79, *Métaux légers et leurs alliages.*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 809:1973
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/eb445aad-c378-45ef-949f-4c07c6c68994/iso-809-1973

Les Comités Membres des pays suivants avaient approuvé la Recommandation :

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

Aucun Comité Membre n'avait désapprouvé la Recommandation.

© Organisation Internationale de Normalisation, 1973 •

Imprimé en Suisse

Magnésium et alliages de magnésium — Dosage du manganèse — Méthode photométrique au périodate (Teneur en manganèse comprise entre 0,01 et 0,8 %)

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie une méthode de dosage photométrique du manganèse dans le magnésium et les alliages de magnésium qui ne contiennent pas de zirconium, de terres rares, ou de thorium.[1)]

La méthode est applicable aux produits ayant une teneur en manganèse comprise entre 0,01 et 0,8 %.[2)]

2 PRINCIPE

Attaque sulfurique suivie d'une oxydation par l'acide nitrique.

Oxydation du manganèse(II) en manganèse(VII) au moyen du periodate de potassium (acidité ambiante 6 N environ), en présence d'acide phosphorique.

Mesurage photométrique à une longueur d'onde voisine de 525 nm.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 809:1973
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/eb445aad-c378-45ef-9491-4c07c6c68994/iso-809-1973

3 RÉACTIFS

Pour la préparation des solutions et au cours de l'analyse, utiliser de l'eau bidistillée.

3.1 Periodate de potassium (KIO_4).

3.2 Acide sulfurique, ρ 1,26 g/ml, solution 9 N environ.

Ajouter, avec précaution, 25 ml d'acide sulfurique (ρ 1,84 g/ml), solution 35,6 N environ, à 60 ml d'eau. Après refroidissement, compléter le volume à 100 ml et homogénéiser.

3.3 Acide nitrique, ρ 1,40 g/ml, solution 15 N environ.

L'acide doit être exempt de vapeurs nitreuses. Pour éliminer ces vapeurs, faire bouillir pendant quelques temps, ou bien faire passer un courant de dioxyde de carbone.

3.4 Acide phosphorique, ρ 1,71 g/ml, solution 45 N environ.

3.5 Acide fluorhydrique, solution à 40 % (*m/m*) (ρ 1,14 g/ml environ).

3.6 Eau exempte de matières réductrices.

Porter à ébullition de l'eau acidulée par 10 ml par litre de la solution d'acide sulfurique (3.2); ajouter quelques cristaux de periodate de potassium (3.1) et maintenir l'ébullition pendant 10 min environ.

3.7 Nitrite de sodium, solution à 20 g/l.

Dissoudre 2 g de nitrite de sodium ($NaNO_2$) dans un peu d'eau et compléter le volume à 100 ml.

3.8 Manganèse, solution étalon à 1 g/l (1 ml contient 1 mg de Mn).

Préparation selon l'une des deux méthodes suivantes.

3.8.1 Dans un bécher de forme haute, de capacité convenable (400 ml, par exemple), dissoudre 2,877 g de permanganate de potassium ($KMnO_4$) très pur dans 200 ml d'eau environ et ajouter 40 ml de la solution d'acide sulfurique (3.2). Réduire la solution de permanganate au moyen de quelques cristaux de sulfite de sodium ou par du peroxyde d'hydrogène (à 36 % (*m/m*)). Faire bouillir la solution jusqu'à élimination de l'excès de SO_2 ou de H_2O_2, refroidir, transvaser quantitativement en fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser.

3.8.2 Dans un bécher de forme haute, de capacité convenable (600 ml, par exemple), dissoudre 1 ± 0,001 g de manganèse électrolytique (titre supérieur à 99,9 %) avec 40 ml de la solution d'acide sulfurique (3.2) et 80 ml environ d'eau. Faire bouillir la solution pendant quelques minutes. Refroidir, transvaser quantitativement en fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser.

NOTE — Libérer le manganèse électrolytique de l'oxyde superficiel éventuellement présent en introduisant quelques grammes de métal dans un bécher de verre de 250 à 300 ml environ contenant 60 à 80 ml de la solution d'acide sulfurique (3.2) et 100 ml environ d'eau. Agiter et, après quelques minutes, décanter la solution acide et introduire dans le bécher de l'eau bidistillée. Répéter la décantation et le lavage à l'eau bidistillée plusieurs fois; introduire enfin le manganèse métallique dans de l'acétone et agiter. Décanter l'acétone, sécher le métal dans une étuve à air chaud à 100 °C pendant environ 2 min et le laisser refroidir dans un dessiccateur.

---

1) Ces cas particuliers sont traités dans l'ISO 2353, *Magnésium et ses alliages — Dosage du manganèse dans les alliages de magnésium contenant zirconium, terres rares, thorium et argent — Méthode photométrique au périodate.*

2) Pour les teneurs en manganèse inférieures à 0,01 %, voir ISO 810, *Magnésium et alliages de magnésium — Dosage du manganèse — Méthode photométrique au périodate (Teneur en manganèse inférieure à 0,01 %).*

3.9 Manganèse, solution étalon à 0,1 g/l (1 ml contient 0,1 mg de Mn).

Prélever 100,0 ml de la solution étalon (3.8), les introduire dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser.

4 APPAREILLAGE

4.1 Matériel courant de laboratoire.

4.2 Spectrophotomètre, ou

4.3 Photocolorimètre.

5 ÉCHANTILLONNAGE

5.1 Échantillon pour laboratoire[1)]

5.2 Échantillon pour essai

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

6 MODE OPÉRATOIRE

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

6.1 Prise d'essai

a) Pour une teneur en manganèse comprise entre 0,01 et 0,05 %, peser 1,0 g de l'échantillon pour essai (5.2) avec une précision de ± 0,001 g.

b) Pour une teneur en manganèse comprise entre 0,05 et 0,8 %, peser 0,5 g de l'échantillon pour essai (5.2) avec une précision de ± 0,001 g.

ISO 809:1973
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/eb445aad-c378-45ef-949f-4006c68994/iso-809-1973

6.2 Établissement de la courbe d'étalonnage

6.2.1 *Préparation de la solution de compensation (Terme 0)*

Placer 20 ml de l'acide nitrique (3.3) dans une capsule de platine et évaporer à sec. Reprendre le résidu par un peu d'eau chaude et transvaser la solution dans un récipient de capacité convenable (250 ml par exemple). Diluer à 40 ml environ avec de l'eau et ajouter 15 ml de l'acide sulfurique (3.2), 5 ml de l'acide nitrique (3.3) et 5 ml de l'acide phosphorique (3.4). Continuer selon le mode opératoire décrit en 6.1.3.

6.2.2 *Préparation des solutions témoins*

Dans une série de six récipients de capacité convenable (250 ml par exemple), introduire respectivement 1,0 – 2,0 – 5,0 – 10,0 – 15,0 – 20,0 ml de la solution étalon de manganèse (3.9), correspondant respectivement à 0,1 – 0,2 – 0,5 – 1 – 1,5 – 2,0 mg de manganèse. Amener le volume à 40 ml environ avec de l'eau. Ajouter ensuite 15 ml de l'acide sulfurique (3.2), 25 ml de l'acide nitrique (3.3) et 5 ml de l'acide phosphorique (3.4).

6.2.3 *Développement de la coloration*

Porter les solutions à l'ébullition et ajouter 0,5 g du periodate de potassium (3.1). Maintenir l'ébullition durant 3 min, puis laisser reposer les solutions à chaud (98 °C environ) durant 15 min.

Laisser refroidir, transvaser dans des fioles jaugées de 100 ml et compléter le volume avec de l'eau traitée (3.6).

6.2.4 *Mesures photométriques*

Effectuer les mesurages photométriques à l'aide du spectrophotomètre (4.2) au maximum de la courbe d'absorption (longueur d'onde voisine de 525 nm), ou du photocolorimètre (4.3), muni de filtres appropriés, après avoir ajusté l'appareil au zéro d'absorbance par rapport à l'eau (Δ_{Ec}). Détruire ensuite l'acide permanganique au moyen de 2 gouttes de la solution de nitrite de sodium (3.7) et répéter le mesurage (Δ_{Ed}). Pour obtenir la valeur de l'absorbance due au manganèse introduit, calculer, pour chaque dilution, les différences

$$[(\Delta_{Ec} - \Delta_{Ed}) - (\Delta_{Tc} - \Delta_{Td})]$$

où Δ_{Tc} et Δ_{Td} sont les valeurs de l'absorbance correspondant à la solution du terme 0, colorée et décolorée.

6.2.5 *Tracé de la courbe d'étalonnage*

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

6.3 Dosage

6.3.1 *Préparation de la solution d'essai*

6.3.1.1 TENEUR EN MANGANÈSE COMPRISE ENTRE 0,01 ET 0,05 %

Placer la prise d'essai dans un récipient de capacité convenable (250 ml par exemple) et recouvrir d'un verre de montre. Ajouter 10 ml d'eau puis, par petites fractions, 25 ml de l'acide sulfurique (3.2). Une fois la réaction terminée, ajouter 25 ml de l'acide nitrique (3.3) et 2 ou 3 gouttes de l'acide fluorhydrique (3.5). Faire bouillir la solution pendant quelques minutes.

6.3.1.2 TENEUR EN MANGANÈSE COMPRISE ENTRE 0,05 ET 0,4 %

Placer la prise d'essai dans un récipient de capacité convenable (250 ml par exemple) et recouvrir d'un verre de montre. Ajouter 10 ml d'eau puis, par petites fractions, 20 ml de l'acide sulfurique (3.2). Une fois la réaction terminée, ajouter 25 ml de l'acide nitrique (3.3) et 2 ou 3 gouttes de l'acide fluorhydrique (3.5). Faire bouillir la solution pendant quelques minutes.

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

6.3.1.3 TENEUR EN MANGANÈSE COMPRISE ENTRE 0,4 ET 0,8 %

Placer la prise d'essai dans un bécher à forme haute de capacité convenable (250 ml par exemple) et recouvrir d'un verre de montre. Ajouter 10 ml d'eau puis, par petites fractions, 10 ml de l'acide sulfurique (3.2). Une fois la réaction terminée, ajouter 5 ml de l'acide nitrique (3.3) et 2 ou 3 gouttes de l'acide fluorhydrique (3.5).

Faire bouillir pendant quelques minutes. Transvaser la solution dans une fiole jaugée de 100 ml, laisser refroidir et compléter au volume avec de l'eau. Prélever 20 ml de cette solution (correspondant à 0,1 g de prise d'essai) et les placer dans un récipient de capacité convenable (250 ml par exemple). Ajouter 15 ml de l'acide sulfurique (3.2) et 25 ml de l'acide nitrique (3.3).

6.3.2 *Développement de la coloration*

À la solution obtenue selon 6.3.1.1, 6.3.1.2 ou 6.3.1.3 ajouter la quantité d'eau nécessaire pour obtenir un volume d'environ 60 ml, puis 5 ml de l'acide phosphorique (3.4). Continuer selon le mode opératoire décrit en 6.2.3.

6.3.3 *Essai à blanc*

Effectuer, parallèlement à l'analyse, un essai à blanc d'après les indications suivantes.

6.3.3.1 TENEUR EN MANGANÈSE COMPRISE ENTRE 0,01 ET 0,05 %

Placer 25 ml de l'acide nitrique (3.3) et 5 ml de l'acide sulfurique (3.2) dans une capsule de platine et évaporer à sec. Reprendre le résidu par un peu d'eau chaude et transvaser la solution dans un récipient de capacité convenable (250 ml par exemple). Diluer à 40 ml environ avec de l'eau et ajouter 20 ml de l'acide sulfurique (3.2), 5 ml de l'acide phosphorique (3.4) et 2 ou 3 gouttes de l'acide fluorhydrique (3.5). Continuer selon le mode opératoire décrit en 6.2.3.

6.3.3.2 TENEUR EN MANGANÈSE COMPRISE ENTRE 0,05 ET 0,4 %

Placer 25 ml de l'acide nitrique (3.3) dans une capsule de platine et évaporer à sec. Reprendre le résidu . . . (continuer selon le mode opératoire décrit en 6.3.3.1).

6.3.3.3 TENEUR EN MANGANÈSE COMPRISE ENTRE 0,4 ET 0,8 %

Placer 25 ml de l'acide nitrique (3.3) dans une capsule de platine et évaporer à sec. Reprendre le résidu par un peu d'eau chaude et transvaser la solution dans un récipient de capacité convenable (250 ml par exemple). Diluer à 40 ml environ avec de l'eau et ajouter 16 ml de l'acide sulfurique (3.2), 3 ml de l'acide nitrique (3.3), 5 ml de l'acide phosphorique (3.4) et 2 ou 3 gouttes de l'acide fluorhydrique (3.5). Continuer selon le mode opératoire décrit en 6.2.3.

6.3.4 *Mesures photométriques*

Effectuer les mesurages photométriques d'après les modalités décrites en 6.2.4 après avoir ajusté l'appareil au zéro d'absorbance par rapport à l'eau (Δ_{Ec}). Détruire ensuite l'acide permanganique au moyen de deux gouttes de la solution de nitrite de sodium (3.7) et répéter le mesurage (Δ_{Ed}). La différence entre ces ceux valeurs donne l'absorbance due à l'acide permanganique.

En même temps, et de façon analogue, effectuer les mesurages photométriques relatifs à la solution de l'essai à blanc.

L'absorbance due au manganèse de la partie aliquote de la solution d'essai ou de la solution d'essai elle-même est donnée par la différence

$$[(\Delta_{Ec} - \Delta_{Ed}) - (\Delta_{Bc} - \Delta_{Bd})]$$

où Δ_{Bc} et Δ_{Bd} sont les valeurs de l'absorbance correspondant à la solution de l'essai à blanc, colorée et décolorée.

7 EXPRESSION DES RÉSULTATS

Au moyen de la courbe d'étalonnage, déterminer la quantité de manganèse, en milligrammes, correspondant à la valeur de la mesure photométrique de la partie aliquote de la solution d'essai ou de la solution d'essai elle-même.

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

$$\text{Mn} \ \% \ (m/m) = \frac{m_1 \times R}{10 \ m_0}$$

où

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

m_1 est la masse, en milligrammes, de manganèse trouvé dans la partie aliquote de la solution d'essai ou dans la solution d'essai elle-même.

R est le rapport entre le volume de la solution 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 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 809:1973
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/eb445aad-c378-45ef-949f-4807decc6a4e/iso-809-1973

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 809:1973
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/eb445aad-c378-45ef-949f-4c07c6c68994/iso-809-1973

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 809:1973
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/eb445aad-c378-45ef-949f-4c07c6c68994/iso-809-1973

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 809:1973
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/eb445aad-c378-45ef-949f-4c07c6c68994/iso-809-1973