
NORME INTERNATIONALE



810

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

Magnésium et alliages de magnésium — Dosage du manganèse — Méthode photométrique au periodate (Teneur en manganèse inférieure à 0,01 %)

iTeh STANDARD PREVIEW

Première édition — 1973-11-01 **(standards.iteh.ai)**

[ISO 810:1973](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4fd09953-9018-429a-8075-48818e1d24ca/iso-810-1973)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4fd09953-9018-429a-8075-48818e1d24ca/iso-810-1973>

CDU 669.721 : 546.711 : 543.42

Réf. N° : ISO 810-1973 (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 810 remplace la Recommandation ISO/R 810-1968 établie par le Comité Technique ISO/TC 79, *Métaux légers et leurs alliages*.

[ISO 810:1973](https://standards.iso.org/standards/list/16109953-9018-429a-8075-48818e1d24ca/iso-810-1973)

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.

Magnésium et alliages de magnésium — Dosage du manganèse — Méthode photométrique au periodate (Teneur en manganèse inférieure à 0,01 %)

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 inférieure à 0,01 %.²⁾

2 PRINCIPE

Attaque sulfurique suivie d'une oxydation par le persulfate d'ammonium.

Oxydation du manganèse(II) en manganèse(VII) au moyen du periodate de potassium (acidité ambiante, 2 N environ), en présence d'acide phosphorique.

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

3 RÉACTIFS

Au cours de l'analyse, n'utiliser que de l'eau bidistillée.

3.1 Periodate de potassium (KIO_4).

3.2 Persulfate d'ammonium [$(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$].

3.3 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 à 35,6 N environ, à 60 ml d'eau. Après refroidissement, compléter le volume à 100 ml et homogénéiser.

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

3.5 Eau exempte de matières réductrices

Porter à l'ébullition de l'eau acidulée par 10 ml par litre de la solution d'acide sulfurique (3.3); ajouter quelques cristaux de periodate de potassium (3.1) et maintenir l'ébullition pendant 10 min environ.

3.6 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.

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

Préparation selon l'une des deux méthodes suivantes.

3.7.1 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 (3.3). 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.

3.7.2 Dans un bécher de forme haute, de capacité convenable (600 ml, par exemple), dissoudre $1 \pm 0,001$ g de manganèse électrolytique (titre supérieur à 99,9 %) avec 40 ml de la solution d'acide sulfurique (3.3) 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 en verre de 250 à 300 ml environ contenant 60 à 80 ml de la solution d'acide sulfurique (3.3) et 100 ml environ d'eau. Agiter et, après quelques minutes, décarter 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. Décarter 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.

3.8 Manganèse, solution étalon à 0,02 g/l (1 ml contient 0,02 mg de Mn).

Prélever 20,0 ml de la solution étalon (3.7), les introduire dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser.

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 periodate*.

2) Pour les teneurs en manganèse supérieures à 0,01 %, voir ISO 809, *Magnésium et alliages de magnésium — Dosage du manganèse — Méthode photométrique au periodate (Teneur en manganèse comprise entre 0,01 et 0,8 %)*.

4 APPAREILLAGE

4.1 Matériel courant de laboratoire.

4.2 Spectrophotomètre, ou

4.3 Photocolorimètre.

5 ÉCHANTILLONNAGE

5.1 Échantillon pour laboratoire¹⁾

5.2 Échantillon pour essai

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

6 MODE OPÉRATOIRE

6.1 Prise d'essai

Peser, à 0,001 g près, 2 g de l'échantillon pour essai (5.2).

6.2 Établissement de la courbe d'étalonnage

6.2.1 Préparation des solutions témoins

Dans une série de six récipients de capacité convenable (250 ml par exemple), introduire respectivement 0 (solution de compensation) – 1,0 – 2,0 – 5,0 – 8,0 – 10,0 ml de la solution étalon (3.8) contenant respectivement 0 – 20 – 40 – 100 – 160 – 200 µg de manganèse et correspondant, dans les conditions du dosage, à 0,0 – 0,001 – 0,002 – 0,005 – 0,008 – 0,01 % de manganèse.

Amener le volume à 50 ml environ avec de l'eau. Ajouter ensuite 10 ml de l'acide sulfurique (3.3) et 0,05 g du persulfate d'ammonium (3.2). Faire bouillir pendant 4 à 5 min. Ajouter 1 ml de l'acide phosphorique (3.4) et 0,05 g du periodate de potassium (3.1) et amener à ébullition. Maintenir l'ébullition durant 5 min.

6.2.2 Développement de la coloration

Ajouter 0,5 g du periodate de potassium (3.1) et mettre au bain de sable pendant 30 à 40 min, à une température voisine de 98 °C, sans amener à l'ébullition. Retirer du bain de sable. Laisser refroidir et ajuster à 50 ml en fiole jaugée avec de l'eau traitée (3.5).

6.2.3 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 photolorimètre (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 (3.6) 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.

6.2.4 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 50 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

Placer la prise d'essai dans un récipient de capacité convenable (250 ml par exemple), le recouvrir d'un verre de montre. Ajouter 20 ml d'eau puis, par petites fractions, 30 ml de l'acide sulfurique (3.3). Transvaser ensuite la liqueur dans une fiole conique de 250 ml en rinçant le bécquet avec 10 ml d'eau. Ajouter 0,05 g du persulfate d'ammonium (3.2). Faire bouillir durant 4 à 5 min.

6.3.2 Développement de la coloration

Ajouter 1 ml de l'acide phosphorique (3.4) et 0,05 g du periodate de potassium (3.1) à la solution obtenue conformément à 6.3.1. Amener à l'ébullition. Maintenir l'ébullition durant 5 min. Ajouter 0,5 g du periodate de potassium (3.1) et mettre au bain de sable durant 30 à 40 min, à une température voisine de 98 °C, sans amener à l'ébullition. Retirer du bain de sable. Laisser refroidir et amener à 50 ml dans une fiole jaugée avec de l'eau traitée (3.5).

6.3.3 Essai à blanc

Effectuer, parallèlement à l'analyse, un essai à blanc. Placer 20 ml de l'acide sulfurique (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 une fiole conique de 250 ml. Rincer la capsule avec de l'eau et amener le volume à 50 ml environ avec de l'eau. Ajouter ensuite 10 ml de l'acide sulfurique (3.3) et 0,05 g du persulfate d'ammonium (3.2). Faire bouillir durant 4 à 5 min. Continuer selon le mode opératoire décrit en 6.3.2.

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

6.3.4 Mesures photométriques

Effectuer les mesurages photométriques d'après les modalités décrites en 6.2.3 après avoir ajusté l'appareil au zéro d'absorbance par rapport à l'eau (Δ_{E_c}). Détruire ensuite l'acide permanganique au moyen de 2 gouttes de la solution de nitrite de sodium (3.6) et répéter le mesurage (Δ_{E_d}).

La différence entre ces deux 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 solution d'essai est donnée par la différence

$$[(\Delta_{E_c} - \Delta_{E_d}) - (\Delta_{B_c} - \Delta_{B_d})]$$

où Δ_{B_c} et Δ_{B_d} 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 solution de la prise d'essai.

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

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

où

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

m_1 est la masse, en milligrammes, de manganèse trouvé dans la solution 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.

ISO 810:1973

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4fd09953-9018-429a-8075-48818e1d24ca/iso-810-1973>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 810:1973

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4fd09953-9018-429a-8075-48818e1d24ca/iso-810-1973>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 810:1973

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4fd09953-9018-429a-8075-48818e1d24ca/iso-810-1973>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 810:1973

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4fd09953-9018-429a-8075-48818e1d24ca/iso-810-1973>