
NORME INTERNATIONALE



1570

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

Zinc et alliages de zinc — Dosage de l'étain — Méthode spectrophotométrique

Zinc and zinc alloys — Determination of tin content — Spectrophotometric method

iTeh STANDARD PREVIEW
Première édition — 1975-06-15
(standards.iteh.ai)

[ISO 1570:1975](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/43972478-2338-4ba3-8545-c9fc496d8277/iso-1570-1975)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/43972478-2338-4ba3-8545-c9fc496d8277/iso-1570-1975>

CDU 669.5 : 543.42 : 546.811

Réf. n° : ISO 1570-1975 (F)

Descripteurs : zinc, alliage de zinc, analyse chimique, dosage, étain, méthode spectrophotométrique.

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 18 a examiné la Recommandation ISO/R 1570 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 1570-1970 à laquelle elle est techniquement identique.

La Recommandation ISO/R 1570 avait été approuvée par les Comités Membres des pays suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	France	Pologne
Allemagne	Hongrie	Royaume-Uni
Australie	Inde	Suède
Belgique	Iran	Tchécoslovaquie
Brésil	Irlande	Thaïlande
Canada	Israël	Turquie
Égypte, Rép. arabe d'	Italie	U.R.S.S.
Espagne	Norvège	Yougoslavie

Aucun Comité Membre n'avait désapprouvé la Recommandation.

Aucun Comité Membre n'a désapprouvé la transformation de la Recommandation ISO/R 1570 en Norme Internationale.

Zinc et alliages de zinc – Dosage de l'étain – Méthode spectrophotométrique

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie une méthode de dosage spectrophotométrique de l'étain dans les zincs et alliages de zinc.

La méthode est applicable aux zincs définis dans l'ISO/R 752, aux alliages de zinc définis dans l'ISO/R 301, et aux pièces coulées sous pression avec ces alliages.

Elle permet la détermination des teneurs en étain comprises entre 0,000 5 et 0,005 %.¹⁾

2 RÉFÉRENCES

ISO/R 301, *Alliages de zinc en lingots.*

ISO/R 752, *Zinc en lingots.*

ISO 3751, *Zinc en lingots – Prélèvement et préparation des échantillons pour analyse chimique.*²⁾

ISO 3752, *Alliages de zinc en lingots – Prélèvement et préparation des échantillons pour analyse chimique.*²⁾

3 PRINCIPE

Dosage spectrophotométrique du complexe étain-quercétine après extraction par la méthyl-isobutyl-cétone.

4 RÉACTIFS

Au cours de l'analyse, n'utiliser que des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau distillée ou déminéralisée, exempte d'étain.

4.1 **Zinc**, titre min. 99,99 %.

4.2 **Acide chlorhydrique**, ρ 1,19 g/ml.

4.3 **Acide chlorhydrique**, solution diluée ρ 1,19 g/ml, à une partie d'acide et neuf parties d'eau.

4.4 **Eau oxygénée**, à 30 % (m/m) de H₂O₂, exempte de stabilisateur à base d'étain.

4.5 **Thiourée**, solution.

Dissoudre 12,5 g de thiourée dans 100 ml d'eau chaude (60 °C environ). Diluer à environ 200 ml. Refroidir. Compléter au volume de 250 ml.

4.6 **Acide ascorbique**, solution.

Dissoudre 2 g d'acide ascorbique dans 100 ml d'eau.

Cette solution doit être fraîchement préparée avant l'emploi.

4.7 **Quercétine**, solution éthanolique.³⁾

Dissoudre 500 mg de quercétine dans 300 ml d'éthanol (chauffer légèrement jusqu'à dissolution). Refroidir. Ajouter exactement 25 ml de l'acide chlorhydrique (4.2). Compléter au volume de 1 l avec de l'éthanol. Homogénéiser. Filtrer le léger résidu éventuel.

4.8 **Méthyl-isobutyl-cétone**.

4.9 **Acide sulfurique**, solution à 5 % (V/V).

4.10 **Chlorure de nickel**, solution.

Dissoudre 0,5 g de nickel dans une quantité minimale de l'acide chlorhydrique (4.2). Diluer à 1 l.

4.11 **Étain**, solution étalon.

Dissoudre 0,500 g d'étain métal pur par 100 ml de l'acide chlorhydrique (4.2) dans un bécher de 250 ml couvert d'un verre de montre, en chauffant modérément. Après mise en solution complète, transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 1 l. Refroidir. Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser. Introduire 10 ml dans une fiole jaugée de 1 l. Ajouter 100 ml de l'acide chlorhydrique (4.2). Compléter au volume de 1 l avec de l'eau et homogénéiser.

1 ml de cette solution contient 0,005 mg d'étain.

1) La méthode peut être étendue à des teneurs plus élevées en opérant sur des prises d'essai plus faibles et à condition d'établir la courbe d'étalonnage en présence de teneurs en zinc correspondantes.

2) Actuellement au stade de projet.

3) La qualité de la quercétine est valable pour autant que l'essai à blanc donne une extinction inférieure à 0,1.

5 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Spectrophotomètre, longueur d'onde de 440 nm et cuves de 1 cm d'épaisseur.¹⁾

6 ÉCHANTILLONNAGE

L'échantillonnage doit être effectué conformément aux prescriptions de l'ISO 3751 ou de l'ISO 3752, selon les cas.

7 MODE OPÉRATOIRE

7.1 Prise d'essai

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

7.2 Essai à blanc

Effectuer, en même temps que la détermination réelle, un essai à blanc, en opérant comme suit :

7.2.1 Introduire 2 g du zinc métal pur (4.1) dans un bécher de 100 ml et attaquer par 15 ml de l'acide chlorhydrique (4.2).

7.2.2 Ajouter quelques gouttes de l'eau oxygénée (4.4). Évaporer à consistance sirupeuse pour éliminer les traces d'étain éventuellement présentes.

7.2.3 Reprendre par 15 ml de l'acide chlorhydrique (4.2). Refroidir.

7.2.4 Transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 50 ml. Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

7.2.5 Continuer les opérations à partir de 7.4.1.3.

7.3 Tracé de la courbe d'étalonnage

7.3.1 Dans cinq béchers de 100 ml, introduire 2 g du zinc métal pur (4.1) et dissoudre, sans chauffer, par 18 ml de l'acide chlorhydrique (4.2).

7.3.2 En vue de réaliser la courbe d'étalonnage définie par cinq termes correspondant à des teneurs en étain de 0 – 0,001 – 0,003 – 0,004 et 0,005 %, introduire respectivement 0 – 4 – 12 – 16 et 20 ml de la solution d'étain (4.11) et 20 – 16 – 8 – 4 et 0 ml de l'acide chlorhydrique dilué (4.3).²⁾

7.3.3 Continuer les opérations décrites de 7.4.1.2 à 7.4.2.

7.3.4 Effectuer les mesurages spectrophotométriques de ces solutions par rapport au terme 0 de la gamme d'étalonnage à la longueur d'onde de 440 nm.

7.4 Dosage³⁾

7.4.1 Attaque

7.4.1.1 Introduire la prise d'essai (7.1) dans un bécher de 100 ml et attaquer sans chauffer par 20 ml de l'acide chlorhydrique (4.2).⁴⁾

7.4.1.2 Oxyder et parfaire la dissolution en ajoutant quelques gouttes de l'eau oxygénée (4.4).

Diluer. Refroidir. Transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 50 ml. Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

7.4.1.3 Dans une ampoule à décanter de 125 ml, introduire successivement :

- 20 ml de la solution de thiourée (4.5);
- 5 ml de la solution d'acide ascorbique (4.6);
- 20 ml de la solution de quercétine (4.7).

Homogénéiser.

Ajouter 25 ml de la solution à analyser (7.4.1.2).

Homogénéiser.

7.4.1.4 Laisser réagir durant 10 à 15 min.

7.4.1.5 Introduire exactement 15 ml de la méthyl-isobutyl-cétone (4.8). Agiter durant 1 min.

1) La quantité de méthyl-isobutyl-cétone indiquée en 7.4.1.5 n'est valable que dans le cas où l'on opère avec des cuves de 1 cm d'épaisseur. Il y a lieu d'apporter les modifications nécessaires si des cuves d'autres dimensions sont utilisées.

2) De cette façon, la quantité d'acide chlorhydrique concentré est identique pour tous les termes et égale à 20 ml.

3) Dans le cas où l'hétérogénéité de l'échantillon nécessite une prise d'essai plus importante, prélever une prise d'essai de $10 \pm 0,01$ g.

Le début du paragraphe 7.4.1 est alors modifié comme suit :

7.4.1.1 Introduire la prise d'essai dans un bécher de 250 ml et attaquer par 100 ml de l'acide chlorhydrique (4.2). Oxyder et parfaire la dissolution en ajoutant 1 ml de l'eau oxygénée (4.4). Refroidir.

7.4.1.2 Transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 250 ml. Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

Continuer les opérations comme indiqué à partir du paragraphe 7.4.1.3.

4) En cas de mise en solution très difficile, il est possible d'ajouter 2 ml de la solution de chlorure de nickel (4.10) pour activer l'attaque.

7.4.1.6 Laisser reposer. Après séparation nette des deux couches, rejeter la phase aqueuse.

7.4.1.7 Introduire 25 ml de la solution d'acide sulfurique (4.9) et agiter durant 30 s.

7.4.1.8 Laisser reposer durant 5 min. Après séparation nette des deux couches, rejeter la phase aqueuse.

7.4.2 Recueillir une quantité convenable de la solution organique dans la cuve de colorimétrie en filtrant sur un petit filtre rapide (d'environ 70 mm de diamètre) et sec, pour éliminer les gouttelettes de phase aqueuse, en ayant soin de rejeter les premiers millilitres du filtrat.¹⁾

7.5 Mesure spectrophotométrique

Effectuer les mesurages spectrophotométriques par rapport

à la solution de l'essai à blanc à la longueur d'onde de 440 nm (5.1).

8 EXPRESSION DES RÉSULTATS

Déterminer la teneur en étain à l'aide de la courbe d'étalonnage (voir 7.3).

9 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

Le procès-verbal d'essai doit indiquer la méthode utilisée et les résultats obtenus. Il doit, en outre, mentionner tous les détails opératoires non prévus dans la présente Norme Internationale, ou facultatifs, ainsi que les incidents susceptibles d'avoir agi sur les résultats.

Le procès-verbal d'essai doit donner tous les renseignements nécessaires à l'identification complète de l'échantillon.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 1570:1975](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/43972478-2338-4ba3-8545-c9fc496d8277/iso-1570-1975)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/43972478-2338-4ba3-8545-c9fc496d8277/iso-1570-1975>

¹⁾ La filtration peut être remplacée avantageusement par une centrifugation.

Il est conseillé de ne pas exposer la solution organique à la lumière solaire directe.

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1570:1975

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/43972478-2338-4ba3-8545-c9fc496d8277/iso-1570-1975>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1570:1975

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/43972478-2338-4ba3-8545-c9fc496d8277/iso-1570-1975>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1570:1975

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/43972478-2338-4ba3-8545-c9fc496d8277/iso-1570-1975>