
NORME INTERNATIONALE



1783

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

Alliages de magnésium — Dosage du zinc — Méthode volumétrique

iTeh STANDARD PREVIEW

Première édition — 1973-11-01

(standards.iteh.ai)

[ISO 1783:1973](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b6da9562-f150-496e-ba97-d22b6f41b265/iso-1783-1973)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b6da9562-f150-496e-ba97-d22b6f41b265/iso-1783-1973>

CDU 669.721.5 : 546.47 : 543.24

Réf. N° : ISO 1783-1973 (F)

Descripteurs : alliage de magnésium, analyse chimique, dosage, zinc, analyse volumétrique.

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 1783 remplace la Recommandation ISO/R 1783-1970 établie par le Comité Technique ISO/TC 79, *Métaux légers et leurs alliages*.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b6da9562-fl50-496e-ba97-d22b6f41b265/iso-1783-1973>

Les Comités Membres des pays suivants avaient approuvé la Recommandation :

Afrique du Sud, Rép. de	Hongrie	Pologne
Allemagne	Inde	Royaume-Uni
Australie	Iran	Suède
Belgique	Israël	Suisse
Canada	Italie	Tchécoslovaquie
Corée, Rép. de	Norvège	Thaïlande
Egypte, Rép. arabe d'	Nouvelle-Zélande	Turquie
Espagne	Pays-Bas	U.S.A.
Grèce	Pérou	

Le Comité Membre du pays suivant avait désapprouvé la Recommandation pour des raisons techniques :

France

Alliages de magnésium – Dosage du zinc – Méthode volumétrique

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie une méthode volumétrique de dosage du zinc dans les alliages de magnésium ne contenant pas de cadmium.

La méthode est applicable aux produits ayant une teneur en zinc comprise entre 0,10 et 8,0 %.

2 PRINCIPE

Attaque à l'acide chlorhydrique et élimination de l'excès d'acide par évaporation. Reprise du résidu par une solution d'acide chlorhydrique 2 N et passage de la solution sur résine échangeuse d'anions fortement basique.

Élution du zinc fixé par la résine au moyen d'une solution d'acide chlorhydrique 0,005 N.

Titration du zinc par une solution titrée d'EDTA en présence de dithizone comme indicateur.

3 RÉACTIFS

Au cours de l'analyse, n'utiliser que de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

3.1 Résine échangeuse d'anions, soit hétéroporeuse, soit isoporeuse, fortement basique, du type polystyrène à groupes ammoniac quaternaires sous forme de chlorure (par exemple Dowex 1 X 2, De-Acidite FF SRA 62 ou équivalentes) contenant de 2 à 3 % de taux de pontage (exprimés en pourcentage en masse de D.V.B. (divinylbenzène) à une granulométrie préférentielle comprise entre 150 et 295 μm (- 52 + 100 mesh).

3.2 Acétone, ρ 0,79 g/ml environ.

3.3 Acide chlorhydrique, ρ 1,18 g/ml environ, solution à 37 % (m/m) ou 12 N environ.

3.4 Peroxyde d'hydrogène, ρ 1,135 g/ml environ, solution à 36 % (m/m) environ.

3.5 Acide chlorhydrique, ρ 1,03 g/ml environ, solution 2 N environ.

Diluer 170 ml de la solution d'acide chlorhydrique (3.3) avec de l'eau et compléter le volume à 1 000 ml.

3.6 Acide chlorhydrique, ρ 1,01 g/ml environ, solution N environ.

Diluer 85 ml de la solution d'acide chlorhydrique (3.3) avec de l'eau et compléter le volume à 1 000 ml.

3.7 Acide chlorhydrique, ρ 1,0 g/ml environ, solution 0,005 N environ.

Diluer 5 ml de la solution d'acide chlorhydrique (3.6) avec de l'eau et compléter le volume à 1 000 ml.

3.8 Acide nitrique, ρ 1,4 g/ml environ, solution à 67 % (m/m) ou 15 N environ.

3.9 Ammoniaque, ρ 0,90 g/ml environ, solution à 28 % (m/m) ou 14 N environ.

3.10 Acide acétique, ρ 1,007 g/ml environ, solution N environ.

Diluer 58 ml d'acide acétique cristallisable (ρ 1,05 g/ml environ), solution 17,4 N environ, avec de l'eau et compléter le volume à 1 000 ml.

3.11 Acétate d'ammonium, solution à 500 g/l.

Dissoudre 50 g d'acétate d'ammonium ($\text{CH}_3\text{COONH}_4$) dans de l'eau et compléter le volume à 100 ml.

3.12 Zinc, solution étalon contenant 2 g de zinc par litre.

Peser, à 0,001 g près, 2,00 g de zinc extra pur et les dissoudre dans 25 ml de la solution d'acide chlorhydrique (3.3) dilués avec 75 ml environ d'eau. Diluer et transvaser la solution, quantitativement, dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution contient 2 mg de zinc.

3.13 Éthylène diamine tétraacétate disodique (EDTA), solution titrée 0,02 M.

3.13.1 Préparation de la solution

Dissoudre 7,5 g environ d'EDTA dans de l'eau, filtrer, si nécessaire, et compléter le volume à 1 000 ml. Conserver dans un flacon en matière plastique.

3.13.2 Étalonnage de la solution

Prélever 25,0 ml de la solution étalon de zinc (3.12) correspondant à 50,0 mg de zinc, et les introduire dans un récipient de capacité convenable (par exemple 400 ml). Diluer à 100 ml environ; introduire dans la solution un morceau du papier au tournesol (3.14) et ajouter, tout en agitant, de la solution d'ammoniaque (3.9) jusqu'au virage du papier au tournesol. Enlever le morceau de papier au tournesol et le laver avec de l'eau.

Ajouter 10 ml de la solution d'acide acétique (3.10) et 10 ml de la solution d'acétate d'ammonium (3.11). Au moyen du papier indicateur (3.15), contrôler la valeur du pH de la solution. Cette valeur doit être comprise entre 5 et 5,5. Si nécessaire, la ramener à la valeur indiquée en ajoutant, goutte à goutte, de la solution d'acide acétique (3.10). Ajouter ensuite 50 ml de l'acétone (3.2), 2 ml de la solution de dithizone (3.16) et titrer avec la solution d'EDTA (3.13) jusqu'au virage de l'indicateur du rouge au jaune-orangé. Cette coloration ne doit pas varier par addition de deux gouttes de solution d'EDTA en excès.

3.13.3 Calcul

Le facteur de correction, correspondant au fait que la solution n'est pas exactement 0,02 M, est donné par la formule

$$\frac{38,24}{V}$$

où

38,24 est le volume, en millilitres, de solution d'EDTA 0,02 M (valeur théorique : 1 ml \equiv 1,307 6 mg de zinc) nécessaire au titrage de 50,0 mg de Zn (50,0 : 1,307 6 = 38,237 9);

V est le volume, en millilitres, de la solution d'EDTA (3.13) employé pour le titrage de 25,0 ml de la solution étalon de zinc (3.12) (2 mg \times 25,0 = 50,0 mg).

3.14 Papier au tournesol

3.15 Papier indicateur de pH dans la zone de 5 à 6, à intervalles de 0,2 unités.

3.16 Dithizone, solution éthanolique à 0,25 g/l.

Dissoudre 0,025 g de dithizone (diphénylthiocarbazone) dans de l'éthanol à 95 % (V/V) et compléter le volume à 100 ml avec le même éthanol.

Il est préférable de préparer la solution au moment de l'emploi.

4 APPAREILLAGE

4.1 Matériel courant de laboratoire

4.2 Colonne en verre, diamètre 20 mm, hauteur 400 mm environ, munie d'un robinet.

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 Préparation de la colonne pour échanges ioniques

Éliminer tout d'abord les parties très fines présentes dans la résine échangeuse d'anions (3.1) au moyen de lavages par décantation avec la solution d'acide chlorhydrique (3.7). Continuer le lavage jusqu'à l'obtention d'une solution de décantation limpide. Laisser ensuite reposer la résine dans la solution d'acide chlorhydrique (3.7) pendant quelques heures (de préférence une nuit). Placer sur le fond de la colonne (4.2) au-dessus du robinet, un peu de laine de verre comme support de la résine.

Tout en agitant, transvaser la suspension de résine dans la colonne ainsi préparée, en ayant soin d'éviter la formation de bulles d'air ou de petits canaux, et opérer de façon à obtenir, après décantation, une colonne échangeuse de résine d'environ 150 mm de hauteur. Laver ensuite la colonne avec environ 100 ml de la solution d'acide chlorhydrique (3.7) à la vitesse de 5 à 7 ml à la minute.

Conditionner la colonne échangeuse en faisant passer, toujours à la même vitesse, 200 ml de la solution d'acide chlorhydrique (3.5), à laquelle a été ajouté 0,5 ml de la solution d'acide nitrique (3.8).

Au cours de la préparation de la colonne échangeuse et au cours de l'analyse, la résine doit toujours rester couverte par du liquide (voir chapitre 8).

6.2 Prise d'essai

Peser, à 0,001 g près, environ 4 g de l'échantillon pour essai (5.2).

6.3 Essai à blanc

Effectuer, parallèlement à l'analyse, un essai à blanc en suivant le même mode opératoire et en utilisant les mêmes quantités de tous les réactifs que celles employées pour l'analyse.

6.4 Préparation de la solution à l'essai

Introduire la prise d'essai (6.2) dans un bécher de capacité convenable (par exemple, 400 ml). Ajouter 50 ml environ d'eau, couvrir le bécher d'un verre de montre puis ajouter, par petites portions et avec précaution, 30 ml de la solution d'acide chlorhydrique (3.3).

Une fois la réaction terminée, ajouter 2 gouttes de la solution de peroxyde d'hydrogène (3.4) porter à faible ébullition et faire bouillir jusqu'à décomposition du peroxyde.

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

Si la teneur en zinc est supérieure à 1 %, transvaser la solution, en lavant, dans une fiole jaugée de 250 ml. Refroidir, compléter au volume et homogénéiser. Prélever ensuite une partie aliquote de cette solution selon les indications du tableau suivant :

Teneur en zinc	Volume de la partie aliquote à prélever	Masse correspondante de la prise d'essai
%	ml	g
de 0,1 à 1,0	totalité	4
de 1 à 3	100	1,6
de 3 à 6	50	0,8
de 6 à 8	25	0,4

Introduire la partie aliquote prélevée, dans un bécher de capacité convenable (250 ml, par exemple). Porter ensuite sur bain d'eau bouillante et évaporer jusqu'à début de cristallisation. Laisser refroidir, reprendre par 100 ml de la solution d'acide chlorhydrique (3.5) et 0,5 ml de la solution d'acide nitrique (3.8) et chauffer pour faciliter la dissolution.

Si la solution contient du zirconium insoluble ou si, pendant l'évaporation, il y a eu séparation de silice, filtrer sur filtre à texture serrée et laver le filtre soigneusement par petites fractions de la solution d'acide chlorhydrique (3.5) chaude.

6.5 Échange ionique

Refroidir la solution à l'essai (6.4) et la faire passer, à la vitesse de 5 à 7 ml à la minute, dans la colonne échangeuse (6.1). Laver ensuite le bécher et la colonne échangeuse, au moyen de quatre portions de 25 ml chacune de la solution d'acide chlorhydrique (3.5), et laver enfin la résine avec 100 ml (voir 8.3) de la solution d'acide chlorhydrique (3.6), en la faisant passer toujours à la vitesse de 5 à 7 ml à la minute.

Éluer le zinc retenu par la résine au moyen de 250 ml de la solution d'acide chlorhydrique (3.7) en la faisant passer sur la colonne échangeuse à la même vitesse. Recueillir enfin l'éluat dans un récipient de capacité convenable (par exemple, 400 ml); concentrer l'éluat jusqu'à l'obtention d'un volume de 100 ml environ.

6.6 Titration

Introduire dans l'éluat un morceau de papier au tournesol (3.14) et ajouter ensuite, tout en agitant, de la solution d'ammoniacale (3.9) jusqu'au virage du papier au tournesol.

Enlever le morceau du papier au tournesol, le laver avec de l'eau. Ajouter 20 ml de la solution d'acide acétique (3.10) et 10 ml de la solution d'acétate d'ammonium (3.11). Au moyen du papier indicateur (3.15), contrôler la valeur du pH de la solution. Cette valeur doit être comprise entre 5 et 5,5. Si nécessaire, la ramener à la valeur indiquée en ajoutant, goutte à goutte, de la solution d'acide acétique

(3.10). Ajouter ensuite 50 ml d'acétone (3.2) et 2 ml de la solution de dithizone (3.16), et titrer avec la solution d'EDTA (3.13) jusqu'au virage de l'indicateur du rouge au jaune-orangé. Cette coloration ne doit pas varier par addition de 2 gouttes de solution d'EDTA en excès.

7 EXPRESSION DES RÉSULTATS

La teneur en zinc (Zn) est donnée, en pourcentage en masse, par la formule

$$\frac{(V - V_1) \times f \times 1,3076 \times D}{10m}$$

où

V est le volume, en millilitres, de la solution d'EDTA (3.13) employé pour le titrage du zinc de la solution à l'essai ou de la partie aliquote prélevée pour le dosage;

V_1 est le volume, en millilitres, de la solution d'EDTA (3.13) employé pour le titrage du zinc d'une partie aliquote correspondante de l'essai à blanc;

f est le facteur de correction (3.13.3) de la solution d'EDTA (3.13);

D est le rapport entre le volume de la solution à l'essai et le volume de la partie aliquote prélevée pour le dosage;

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

1,3076 est la masse, en milligrammes, de zinc correspondant à 1 ml de solution d'EDTA exactement 0,02 M.

8 REMARQUES

8.1 Dans les périodes de repos, la résine de la colonne échangeuse doit toujours rester couverte par la solution d'acide chlorhydrique (3.7).

8.2 Le conditionnement de la résine doit être effectué au moment de son emploi.

8.3 Dans le cas d'alliages contenant du plomb, élever la quantité de l'acide chlorhydrique (3.6) de 100 à 200 ml.

9 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes :

- référence de la méthode utilisée;
- résultats, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;
- compte-rendu de tous détails particuliers éventuels relevés au cours de l'essai;
- compte-rendu de toutes opérations non prévues dans la présente Norme Internationale, ou facultatives.

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1783:1973

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b6da9562-f150-496e-ba97-d22b6f41b265/iso-1783-1973>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 1783:1973](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b6da9562-f150-496e-ba97-d22b6f41b265/iso-1783-1973)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b6da9562-f150-496e-ba97-d22b6f41b265/iso-1783-1973>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1783:1973

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b6da9562-f150-496e-ba97-d22b6f41b265/iso-1783-1973>