
NORME INTERNATIONALE



1784

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

Alliages d'aluminium — Dosage du zinc — Méthode titrimétrique à l'EDTA

Aluminium alloys — Determination of zinc — EDTA titrimetric method

Première édition — 1976-06-01

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 1784:1976](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a1c8a701-12e9-4fd8-a656-1074401b1eb4/iso-1784-1976)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a1c8a701-12e9-4fd8-a656-1074401b1eb4/iso-1784-1976>

CDU 669.71 : 546.47 : 543.24

Réf. n° : ISO 1784-1976 (F)

Descripteurs : alliage d'aluminium, aluminium, analyse chimique, dosage, zinc, méthode volumétrique.

AVANT-PROPOS

L'ISO (Organisation Internationale de Normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (Comités Membres ISO). L'élaboration des 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 79 a examiné la Recommandation ISO/R 1784 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 1784-1970 à laquelle elle est techniquement identique.

La Recommandation ISO/R 1784 avait été approuvée par les Comités Membres des pays suivants :

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

Les Comités Membres des pays suivants avaient désapprouvé la Recommandation pour des raisons techniques :

Canada
France

Aucun Comité Membre n'a désapprouvé la transformation de la Recommandation ISO/R 1784 en Norme Internationale.

Alliages d'aluminium – Dosage du zinc – Méthode titrimétrique à l'EDTA

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie une méthode titrimétrique à l'EDTA pour le dosage du zinc dans les alliages d'aluminium ne contenant pas de cadmium.

La méthode est applicable aux produits ayant une teneur en zinc comprise entre 0,10 et 12 % (*m/m*).

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 de sel disodique d'EDTA, en présence de dithizone comme indicateur.

3 RÉACTIFS

Au cours de l'analyse, n'utiliser que des réactifs de qualité analytique reconnue, et 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 × 2, De-Acidité FF SRA 62, ou équivalentes) contenant de 2 à 3 % de taux de pontage (exprimés en pourcentage en masse de DVB (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 1,10 g/ml environ, solution 6 N environ.

Diluer 515 ml d'acide chlorhydrique, ρ 1,18 g/ml environ, solution 12 N environ, avec de l'eau et compléter le volume à 1 000 ml.

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

Diluer 170 ml d'acide chlorhydrique, ρ 1,18 g/ml environ, solution 12 N environ, avec de l'eau et compléter le volume à 1 000 ml.

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

Diluer 85 ml d'acide chlorhydrique, ρ 1,18 g/ml environ, solution 12 N environ, avec de l'eau et compléter le volume à 1 000 ml.

3.6 Acide chlorhydrique, solution 0,005 N environ.

Diluer 5 ml de la solution d'acide chlorhydrique (3.5) avec de l'eau, et compléter le volume à 1 000 ml.

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

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

3.9 Hydroxyde d'ammonium, solution 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 1 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 50 ml de la solution d'acide chlorhydrique (3.3) diluée avec 50 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 Acide (éthylène dinitrilo)tétracétique, sel disodique, solution titrée 0,02 M.

3.13.1 Préparation

Dissoudre 7,5 g environ de sel disodique dihydraté 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*

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'hydroxyde d'ammonium (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 de 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 de sel disodique 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 la solution de sel disodique d'EDTA en excès.

3.13.3 *Calcul*

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

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

où

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

V est le volume, en millilitres, de la solution de sel disodique d'EDTA (3.13) utilisé 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 indicateur au tournesol*

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

3.16 *Dithizone* [acide (phénylazo)thioformique, phényl-2 hydrazide], solution éthanolique à 0,25 g/l.

Dissoudre 0,025 g de dithizone (diphényl-1,5 formazan-thiol-3) dans 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

Matériel courant de laboratoire, et

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

5 ÉCHANTILLONNAGE

5.1 **Échantillon pour laboratoire**¹⁾

5.2 **Échantillon pour essai**

Des copeaux d'épaisseur inférieure ou égale à 1 mm doivent être obtenus par fraisage ou perçage de l'échantillon pour laboratoire.

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 (3.6). Continuer le lavage jusqu'à l'obtention d'une solution de décantation limpide. Laisser ensuite reposer la résine dans la solution d'acide chlorhydrique (3.6) durant quelques heures (de préférence, 1 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 de hauteur 150 mm environ. Laver ensuite la colonne avec 100 ml environ de la solution d'acide chlorhydrique (3.6) à la vitesse de 5 à 7 ml/min.

Conditionner la colonne échangeuse en faisant passer, toujours à la même vitesse, 200 ml de la solution d'acide chlorhydrique (3.4), à laquelle on a ajouté 0,5 ml de la solution d'acide nitrique (3.7).

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

NOTES

1 Dans les périodes de repos, la résine de la colonne échangeuse doit toujours rester couverte par la solution d'acide chlorhydrique (3.6).

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

6.2 **Prise d'essai**

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

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

6.3 Essai à blanc

Effectuer, parallèlement à l'analyse et en suivant le même mode opératoire, un essai à blanc en employant les mêmes quantités de tous les réactifs que celles utilisées 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) muni d'un verre de montre; ajouter, par petites fractions et avec précaution, 50 ml de la solution d'acide chlorhydrique (3.3).

Une fois la réaction terminée, ajouter, goutte à goutte, la solution de peroxyde d'hydrogène (3.8) jusqu'à dissolution complète du cuivre. Compléter l'attaque de la prise d'essai en chauffant modérément et évaporer ensuite jusqu'à début de cristallisation. Après refroidissement, reprendre par 100 ml environ de la solution d'acide chlorhydrique (3.4) et chauffer pour faciliter la dissolution.

Filtrer sur filtre à texture serrée, préalablement lavé avec la solution d'acide chlorhydrique (3.3) chaude, puis à l'eau chaude. Laver ensuite le résidu et le filtre avec la solution d'acide chlorhydrique (3.4) chaude (de 30 à 50 ml environ) et, suivant la teneur en zinc, procéder selon l'un des deux modes opératoires suivants :

6.4.1 Teneurs en zinc comprises entre 0,10 et 1,5 % (m/m)

Recueillir le filtrat et les lavages directement dans un bécher et refroidir la solution à la température ambiante. Ajuster le volume à 150 ml environ avec la solution d'acide chlorhydrique (3.4) et ajouter 0,5 ml de la solution d'acide nitrique (3.7).

6.4.2 Teneurs en zinc supérieures à 1,5 % (m/m)

Recueillir le filtrat et les lavages dans une fiole jaugée de 200 ml, refroidir à la température ambiante, compléter le volume avec la solution d'acide chlorhydrique (3.4) et homogénéiser. Prélever une partie aliquote de solution selon les indications du tableau suivant :

Teneur en zinc %	Volume de la partie aliquote à prélever ml	Masse correspon- dante de la prise d'essai g
de 1,5 à 3	100,0	1
de 3 à 6	50,0	0,50
de 6 à 12	25,0	0,25

Introduire la partie aliquote prélevée dans un bécher de capacité convenable, diluer à 150 ml environ avec la solution d'acide chlorhydrique (3.4), et ajouter 0,5 ml de la solution d'acide nitrique (3.7).

6.5 Échange ionique

Faire passer, dans la colonne échangeuse (6.1), la solution à l'essai ou la partie aliquote (voir 6.4.1 et 6.4.2) en réglant la

vitesse du flux de 5 à 7 ml/min. Laver ensuite bécher et colonne échangeuse au moyen de quatre portions de 25 ml chacune de la solution d'acide chlorhydrique (3.4) et laver la résine avec 100 ml de la solution d'acide chlorhydrique (3.5), en la faisant passer toujours à la vitesse de 5 à 7 ml/min.

NOTE — Dans le cas d'alliages contenant du plomb, élever la quantité d'acide chlorhydrique (3.5) de 100 à 200 ml.

Éluer le zinc retenu par la résine au moyen de 250 ml de la solution d'acide chlorhydrique (3.6), en la faisant passer sur la colonne échangeuse à la même vitesse (voir note ci-après). Recueillir l'éluat dans un récipient de capacité convenable (par exemple 400 ml) et le concentrer jusqu'à l'obtention d'un volume de 100 ml environ.

NOTE — Si du bismuth est présent dans l'alliage, il sera retenu sur la colonne et sera observé sous la forme d'une bande légèrement colorée au sommet de la colonne. Il doit être éliminé en lavant la colonne par 200 ml de solution d'acide nitrique 7,5 N, puis par 200 ml d'eau. La colonne doit ensuite être traitée comme en 6.1.

6.6 Titrage

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

Enlever le morceau du papier au tournesol et 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 de 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) et refroidir à 5 °C environ. Ajouter enfin 2 ml de la solution de dithizone (3.16), et titrer immédiatement avec la solution titrée de sel disodique 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 la solution de sel disodique d'EDTA en excès.

7 EXPRESSION DES RÉSULTATS

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

$$\frac{(V_0 - V_1) \times f \times 1,3076 \times D}{10 m}$$

où

V_0 est le volume, en millilitres, de la solution titrée de sel disodique d'EDTA (3.13) utilisé pour le titrage du zinc de la solution d'essai ou de la partie aliquote prélevée pour le dosage;

V_1 est le volume, en millilitres, de la solution titrée de sel disodique d'EDTA (3.13) utilisé pour le titrage du zinc d'un même volume de la solution de l'essai à blanc;

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

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

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

1,307 6 est la masse, en milligrammes, de zinc correspondant à 1 ml de solution de sel disodique d'EDTA 0,02 M exactement.

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 de toutes opérations facultatives susceptibles d'avoir eu une influence sur les résultats.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 1784:1976

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a1c8a701-12e9-4fd8-a656-1074401b1eb4/iso-1784-1976>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1784:1976

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a1c8a701-12e9-4fd8-a656-1074401b1eb4/iso-1784-1976>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1784:1976

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a1c8a701-12e9-4fd8-a656-1074401b1eb4/iso-1784-1976>