
NORME INTERNATIONALE 2353

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

Magnésium et ses alliages — Dosage du manganèse dans les alliages de magnésium contenant zirconium, terres rares, thorium et argent — Méthode photométrique au periodate

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Première édition — 1972-08-01

[ISO 2353:1972](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c83e696b-7d03-4cf3-b505-e904a425cbe9/iso-2353-1972>

CDU 669.721 : 546.711

Réf. N° : ISO 2353-1972 (F)

Descripteurs : alliage de magnésium, alliage contenant des terres rares, alliage à l'argent, alliage au thorium, alliage au zirconium, analyse chimique, dosage, manganèse, photométrie.

Prix basé sur 3 pages

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.

La Norme Internationale ISO 2353 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 79, *Métaux légers et leurs alliages*.

STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Elle fut approuvée en décembre 1971 par les Comités Membres des pays suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	France	Roumanie
Allemagne	Hongrie	Royaume-Uni
Autriche	Inde	Suede
Belgique	Irlande	Suisse
Canada	Israël	Tchécoslovaquie
Egypte, Rép. arabe d'	Italie	Thaïlande
Espagne	Norvège	U.R.S.S.
Finlande	Pays-Bas	U.S.A.

Aucun Comité Membre n'a désapprouvé le document.

Magnésium et ses alliages – Dosage du manganèse dans les alliages de magnésium contenant zirconium, terres rares, thorium et argent – Méthode photométrique au periodate

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie une méthode photométrique de dosage du manganèse dans les alliages de magnésium qui contiennent du zirconium, et/ou des terres rares, et/ou du thorium, et/ou de l'argent.

La méthode est applicable à la détermination des teneurs en manganèse comprises entre 0,002 et 0,2 %.

2 PRINCIPE

2.1 Mise en solution sulfurique, suivie d'une oxydation par l'acide nitrique, en présence d'acide fluoborique.

2.2 Oxydation du manganèse (II) en manganèse (VII), au moyen du periodate de potassium en milieu d'acidité environ 5 N.

2.3 Mesurage photométrique à une longueur d'onde d'environ 545 nm.

3 RÉACTIFS

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

3.1 **Periodate de potassium** (KIO_4).

3.2 **Acide sulfurique** ($\rho = 1,26 \text{ g/ml}$) solution 9 N environ.

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

3.3 **Acide nitrique** ($\rho = 1,40 \text{ g/ml}$), solution 15 N environ.

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

3.4 **Acide fluoborique**, solution à 0,4 % (m/m).

Diluer 10 ml d'acide fluoborique à 40 % (m/m) à 1 000 ml, avec de l'eau.

3.5 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.

3.6 **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 (3.2). 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.

3.7.2 Dans un bécher de forme haute, de capacité convenable (600 ml, par exemple), dissoudre $1 \pm 0,001 \text{ g}$ de manganèse électrolytique (titre supérieur 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, 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 0,1 g/l (1 ml contient 0,1 mg de Mn).

Prélever 100,0 mg de la solution étalon (3.7), les introduire dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser.

3.9 Manganèse, solution étalon à 0,01 g/l (1 ml contient 0,01 mg de Mn).

Prélever 10,0 mg de la solution étalon (3.7), les introduire dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser.

4 APPAREILLAGE

4.1 Matériel courant de laboratoire.

Tous les récipients jaugés doivent être contrôlés suivant les normes officielles.

4.2 Spectrophotomètre, ou

4.3 Electrophotomètre

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) pour des teneurs en manganèse comprises entre 0,002 et 0,01 %, ou 1 g pour des teneurs en manganèse comprises entre 0,01 et 0,05 % ou 0,5 g pour des teneurs en manganèse comprises entre 0,05 et 0,2 %.

6.2 Exécution de la courbe d'étalonnage

6.2.1 Préparation de la solution de compensation (Terme 0)

Dans une capsule en platine, introduire 20 ml de la solution d'acide nitrique (3.3) 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 la solution d'acide sulfurique (3.2), 5 ml de la solution d'acide nitrique (3.3) et 5 ml de la solution d'acide fluoborique (3.4). Continuer selon le mode opératoire décrit en 6.2.3.

6.2.2 Préparation des solutions témoins

6.2.2.1 Teneurs en manganèse comprises entre 0,002 et 0,01 %

Dans une série de six récipients de capacité convenable (250 ml, par exemple), introduire respectivement 4,0 – 6,0 – 8,0 – 10,0 – 15,0 et 20,0 ml de la solution étalon de manganèse (3.9) contenant respectivement 0,04 – 0,06 – 0,08 – 0,10 – 0,15 et 0,20 mg de manganèse. Amener le volume à 40 ml environ avec de l'eau. Ajouter ensuite 15 ml de la solution d'acide sulfurique (3.2), 25 ml de la solution d'acide nitrique (3.3) et 5 ml de la solution d'acide fluoborique (3.4). Continuer selon le mode opératoire décrit en 6.2.3.

6.2.2.2 Teneurs en manganèse comprises entre 0,01 et 0,2 %

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 et 20,0 ml de la solution étalon de manganèse (3.8) contenant respectivement 0,1 – 0,2 – 0,5 – 1,0 – 1,5 – 2,0 mg de manganèse. Amener le volume à 40 ml environ avec de l'eau. Ajouter ensuite 15 ml de la solution d'acide sulfurique (3.2), 25 ml de la solution d'acide nitrique (3.3) et 5 ml de la solution d'acide fluoborique (3.4). Continuer selon le mode opératoire décrit en 6.2.3.

6.2.3 Développement de la coloration

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

Laisser refroidir, transvaser quantitativement en fioles jaugées de 100 ml et compléter le volume avec de l'eau exempte de matières réductrices (3.5).

6.2.4 Mesures photométriques

Choisir des cuves de parcours optique approprié à l'appareil utilisé. Mesurer les absorbances en utilisant le spectrophotomètre (4.2) à une longueur d'onde d'environ 545 nm ou l'électrophotomètre (4.3) muni de filtres appropriés, 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 les mesurages de l'absorbance (Δ_{E_D}). Pour obtenir la valeur de l'absorbance due au manganèse introduit, calculer pour chaque dilution les différences $[(\Delta_{E_C} - \Delta_{E_D}) - (\Delta_{T_C} - \Delta_{T_D})]$ où Δ_{T_C} et Δ_{T_D} sont les absorbances 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.

1) La Norme Internationale relative à l'échantillonnage à partir des lots de fourniture sera mise à l'étude dès que le Comité Technique ISO/TC 69, *Application des méthodes statistiques*, aura précisé les modalités de caractère général à adopter.

6.3 Dosage

6.3.1 Préparation de la solution d'essai

6.3.1.1 Manganèse compris entre 0,002 et 0,01 %

Introduire la prise d'essai (6.1) dans un récipient de capacité convenable (250 ml, par exemple), recouvrir d'un verre de montre, ajouter 10 ml d'eau, puis, par petites fractions, 30 ml de la solution d'acide sulfurique (3.2). Une fois la réaction terminée, ajouter 25 ml de la solution d'acide nitrique (3.3) et 5 ml de la solution d'acide fluoborique (3.4). Faire bouillir la solution pendant quelques minutes.

6.3.1.2 Manganèse compris entre 0,01 et 0,05 %

Introduire la prise d'essai (6.1) dans un récipient de capacité convenable (250 ml, par exemple), recouvrir d'un verre de montre, ajouter 10 ml d'eau puis, par petites fractions, 25 ml de la solution d'acide sulfurique (3.2). Une fois la réaction terminée, ajouter 25 ml de la solution d'acide nitrique (3.3) et 5 ml de la solution d'acide fluoborique (3.4). Faire bouillir la solution pendant quelques minutes.

6.3.1.3 Manganèse compris entre 0,05 et 0,2 %

Introduire la prise d'essai (6.1) dans un récipient de capacité convenable (250 ml, par exemple), recouvrir d'un verre de montre, ajouter 10 ml d'eau puis, par petites fractions, 20 ml de la solution d'acide sulfurique (3.2). Une fois la réaction terminée, ajouter 25 ml de la solution d'acide nitrique (3.3) et 5 ml de la solution d'acide fluoborique (3.4). Faire bouillir la solution pendant quelques minutes.

6.3.2 Développement de la coloration

A la solution obtenue suivant le mode opératoire décrit en 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. 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 Manganèse compris entre 0,002 et 0,01 %

Dans une capsule en platine, introduire 25 ml de la solution d'acide nitrique (3.3), 10 ml de la solution d'acide sulfurique (3.2) et évaporer à sec.

Reprendre le résidu par un peu d'eau chaude et transvaser quantitativement 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 la solution d'acide sulfurique (3.2) et 5 ml de la solution d'acide fluoborique (3.4). Continuer selon le mode opératoire décrit en 6.2.3.

6.3.3.2 Manganèse compris entre 0,01 et 0,05 %

Dans une capsule en platine, introduire 25 ml de la solution

d'acide nitrique (3.3) et 5 ml de la solution d'acide sulfurique (3.2) et évaporer à sec.

Continuer selon le mode opératoire décrit en 6.3.3.1, 2^{ème} alinéa.

6.3.3.3 Manganèse compris entre 0,05 et 0,2 %

Dans une capsule en platine, introduire 25 ml de la solution d'acide nitrique (3.3) et évaporer à sec.

Continuer selon le mode opératoire décrit en 6.3.3.1, 2^{ème} alinéa.

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 2 gouttes de la solution de nitrite de sodium (3.6) et répéter le mesurage (Δ_{Ed}). La différence entre les 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 relative au manganèse de la solution d'essai est donnée par la différence $[(\Delta_{Ec} - \Delta_{Ed}) - (\Delta_{Bc} - \Delta_{Bd})]$ où Δ_{Bc} et Δ_{Bd} sont les absorbances correspondant à la solution de l'essai à blanc colorée et décolorée.

7 EXPRESSION DES RÉSULTATS

Au moyen de la courbe d'étalonnage (voir 6.2.5), déterminer la quantité de manganèse, exprimée en milligrammes, correspondant à la valeur de l'absorbance de la solution d'essai.

La teneur en manganèse (Mn) est donnée, en pourcentage en masse, par la formule

$$\frac{m_1}{10 m_0}$$

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 :

- référence de la méthode employée;
- 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 compte-rendu de toutes opérations facultatives qui ont pu avoir une influence sur les résultats.

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2353:1972

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c83e696b-7d03-4cf3-b505-e904a425cbe9/iso-2353-1972>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2353:1972

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c83e696b-7d03-4cf3-b505-e904a425cbe9/iso-2353-1972>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2353:1972

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c83e696b-7d03-4cf3-b505-e904a425cbe9/iso-2353-1972>