
NORME INTERNATIONALE 2355

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

Analyse chimique du magnésium et de ses alliages — Dosage des terres rares — Méthode gravimétrique

Première édition — 1972-05-01

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 2355:1972](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9de40b4e-d95b-4792-9597-9a8c34a1065f/iso-2355-1972)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9de40b4e-d95b-4792-9597-9a8c34a1065f/iso-2355-1972>

CDU 669.721 : 546.65

Réf. N° : ISO 2355-1972 (F)

Descripteurs : magnésium, alliage de magnésium, analyse chimique, analyse gravimétrique, terre rare.

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 2355 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 79, *Metaux légers et leurs alliages*.

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

Afrique du Sud, Rép. d'	Hongrie	Roumanie
Allemagne	Inde	Royaume-Uni
Autriche	Irlande	Suède
Belgique	Italie	Suisse
Canada	Japon	Turquie
Corée, Rép. de	Norvège	U.R.S.S.
Egypte, Rép. arabe d'	Nouvelle-Zélande	U.S.A.
Finlande	Pays-Bas	
France	Pologne	

Aucun Comité Membre n'a désapprouvé le document.

Analyse chimique du magnésium et de ses alliages — Dosage des terres rares — Méthode gravimétrique

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale fixe une méthode gravimétrique de dosage des terres rares dans les alliages de magnésium.

La méthode est applicable à la détermination des teneurs en terres rares comprises entre 0,2 et 10 %, en l'absence de thorium.

2 PRINCIPE

2.1 Mise en solution par l'acide chlorhydrique.

2.2 Précipitation du zirconium par l'ammoniaque et filtration.

2.3 Séparation préalable des terres rares dans le filtrat sous forme de sébacates, en milieu ammoniacal.

2.4 Dissolution des deux précipités et reprécipitation des terres rares sous forme d'oxalates.

2.5 Calcination et pesée des oxydes de terres rares.

3 RÉACTIFS

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

3.1 **Chlorure d'ammonium** (NH_4Cl).

3.2 **Acide chlorhydrique** (ρ 1,19 g/ml), solution 12 N environ.

3.3 **Ammoniaque** (ρ 0,95 g/ml), solution 7 N environ.

Diluer 50 ml de solution d'ammoniaque (ρ 0,90 g/ml), solution 14 N environ, avec de l'eau, compléter le volume à 100 ml et homogénéiser.

3.4 **Ammoniaque** (ρ 0,97 g/ml), solution 3,5 N environ.

Diluer 25 ml de solution d'ammoniaque (ρ 0,90 g/ml), solution 14 N environ, avec de l'eau, compléter le volume à 100 ml et homogénéiser.

3.5 **Ammoniaque**, solution 0,3 N environ.

Diluer 2 ml de solution d'ammoniaque (ρ 0,90 g/ml), solution 14 N environ, avec de l'eau, compléter le volume à 100 ml et homogénéiser.

3.6 **Peroxyde d'hydrogène** (ρ 1,12 g/ml environ), solution à 33 % (m/m) environ.

3.7 **Solution d'acide nitrique et de peroxyde d'hydrogène**

Diluer 30 ml de solution de peroxyde d'hydrogène (3.6) avec 150 ml d'eau et ajouter 30 ml d'acide nitrique (ρ 1,40 g/ml), solution 15 N environ.

3.8 **Acide sébacique**, solution ammoniacale à 50 g/l.

Dissoudre 50 g d'acide sébacique ($\text{HOOC}(\text{CH}_2)_8\text{COOH}$) dans 400 ml d'ammoniaque (ρ 0,90 g/ml), solution 14 N environ, et 300 ml d'eau. Filtrer, diluer à 1 000 ml avec de l'eau.

3.9 **Acide oxalique**, solution saturée à la température ambiante.

Dissoudre 150 g d'acide oxalique dans 1 000 ml d'eau chaude. Laisser refroidir et filtrer.

3.10 **Solution de lavage à l'acide oxalique**

Diluer 70 ml de la solution d'acide oxalique (3.9) à 500 ml avec de l'eau.

3.11 **Bleu de bromophénol**, solution alcaline à 4 g/l.

Placer 0,4 g de bleu de bromophénol dans un mortier, ajouter 8,25 ml de solution d'hydroxyde de sodium à 5 g/l et broyer jusqu'à dissolution complète. Transférer quantitativement dans une fiole jaugée de 100 ml, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

4 APPAREILLAGE

4.1 **Matériel courant de laboratoire.**

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

4.2 pH-mètre.

5 ÉCHANTILLONNAGE

5.1 Echantillon pour laboratoire ¹⁾

5.2 Echantillon 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, environ 3 g de l'échantillon pour essai (5.2) pour des teneurs en terres rares comprises entre 0,2 et 2 % ou 2 g pour des teneurs en terres rares comprises entre 2 et 5 % ou 1 g pour des teneurs en terres rares comprises entre 5 et 10 %.

6.2 Dosage

6.2.1 Mise en solution et préparation de la solution d'essai

Placer la prise d'essai dans un bécher de capacité convenable (400 ml, par exemple), muni d'un verre de montre, ajouter 75 ml d'eau puis, par petites fractions, 8,5 ml d'acide chlorhydrique (3.2) pour chaque gramme de prise d'essai.

Une fois la réaction terminée, faire bouillir la solution pendant quelques minutes. S'il reste un résidu, filtrer sur filtre à texture moyenne, laver le bécher et le résidu quatre à cinq fois avec de l'eau chaude, en ajoutant les eaux de lavage à la solution d'essai (rejeter le résidu). Amener le volume à 100 ml environ, soit par dilution, soit par évaporation, et ensuite refroidir.

NOTE — Dans le cas de l'analyse d'alliages contenant de l'argent, avant de filtrer, garnir le filtre avec un peu de pulpe de cellulose.

6.2.2 Précipitation de l'hydroxyde de zirconium

Ajouter à la solution trois gouttes de la solution de bleu de bromophénol (3.11) et neutraliser jusqu'au virage au violet de l'indicateur, d'abord avec la solution d'ammoniaque (3.3), puis avec la solution d'ammoniaque (3.4). Amener à ébullition, retirer le bécher et laisser reposer pendant 5 min, tout en agitant de temps en temps.

Filtrer sur filtre à filtration rapide et laver soigneusement le précipité avec de l'eau bouillante. Conserver le filtrat (contenant la plus grande partie des terres rares) et les eaux de lavage, en ayant soin que le volume total ne dépasse pas 250 ml (Filtrat A).

Dissoudre le précipité sur le filtre avec 10 ml de la solution bouillante d'acide nitrique et de peroxyde d'hydrogène (3.7),

1) Une 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.

ajoutée par petites fractions, en recueillant le filtrat et les eaux de lavage dans le bécher déjà employé pour la précipitation. Après chaque ajout de la solution acide (3.7), laver à l'eau bouillante. Compléter enfin le lavage du filtre à l'eau chaude (cinq ou six lavages). Evaporer la solution à 25 ml environ et la conserver (Filtrat B).

6.2.3 Première précipitation des terres rares

Ajouter au filtrat A (voir 6.2.2) 10 g de chlorure d'ammonium (3.1). En contrôlant au moyen du pH-mètre (4.2), ajuster le pH de la solution à 8,5, par ajout d'abord de la solution d'ammoniaque (3.3), puis de la solution d'ammoniaque (3.4). Ajouter enfin 10 ml de la solution d'ammoniaque (3.4) en excès.

Chauffer sur plaque chauffante à 90 °C environ, retirer le bécher et, en agitant, ajouter 20 ml de la solution d'acide sébacique (3.8). Laisser reposer pendant 15 min en agitant de temps en temps.

Filtrer sur filtre à texture moyenne et laver soigneusement avec la solution d'ammoniaque (3.5). Si du zinc est présent, laver encore une fois le précipité avec 20 ml de la solution d'ammoniaque (3.3).

Placer le filtre avec le précipité dans un creuset en porcelaine, préalablement calciné à 950 °C, refroidi en dessiccateur et pesé dans un four électrique réglé à une température comprise entre 750 et 800 °C, pendant 30 min environ.

Retirer le creuset du four et le laisser refroidir.

6.2.4 Précipitation des oxalates de terres rares

Transvaser quantitativement le contenu du creuset dans le bécher contenant le filtrat B (voir 6.2.2). Chauffer la solution et ajouter ensuite deux ou trois gouttes de peroxyde d'hydrogène (3.6) pour parfaire la dissolution des oxydes des terres rares.

Retirer le bécher du feu, laver les parois et diluer à 125 ml environ. Ajouter lentement, en agitant, 25 ml de la solution d'acide oxalique (3.9). Placer le bécher sur un bain d'eau bouillante pendant 30 min. Laisser ensuite reposer pendant 12 h (une nuit) à la température ambiante.

6.2.5 Filtration, lavage et pesée

Filtrer le précipité sur un filtre à texture serrée et laver soigneusement avec la solution de lavage (3.10).

Placer le filtre et le précipité dans le creuset de porcelaine, déjà utilisé (voir 6.2.3), incinérer modérément le filtre à une température de 500 °C environ jusqu'à combustion complète du filtre, puis calciner à 950 °C jusqu'à masse constante. Peser, après refroidissement, dans un dessiccateur contenant du perchlorate de magnésium anhydre.

7 EXPRESSION DES RÉSULTATS

La teneur en terres rares est donnée, en pourcentage en masse, par la formule

$$\frac{m_1 \times F \times 100}{m_0}$$

où

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

m_1 est la masse, en grammes, des oxydes des terres rares pesée;

F est le facteur de conversion *conventionnel* pour le mischmétal = 0,832.

NOTE — Lorsque les terres rares sont introduites dans une composition différente de celle du mischmétal, les facteurs suivants doivent être utilisés :

La	0,852 7
Ce	0,814 1
Pr	0,827 7
Nd	0,857 4
Didyme	0,853

8 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

Le procès-verbal d'essai doit contenir les indications suivantes :

- a) la référence à la méthode employée;
- b) les résultats, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;
- c) tous les détails particuliers éventuels relevés au cours de l'essai;
- d) toutes opérations non prévues dans la présente Norme Internationale, ou toutes opérations facultatives qui ont pu avoir une influence sur les résultats.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2355:1972

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9de40b4e-d95b-4792-9597-9a8c34a1065f/iso-2355-1972>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2355:1972

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9de40b4e-d95b-4792-9597-9a8c34a1065f/iso-2355-1972>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2355:1972

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9de40b4e-d95b-4792-9597-9a8c34a1065f/iso-2355-1972>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2355:1972

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9de40b4e-d95b-4792-9597-9a8c34a1065f/iso-2355-1972>