
NORME INTERNATIONALE



2576

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

Analyse chimique des alliages de zinc — Dosage polarographique du plomb et du cadmium dans les alliages de zinc avec cuivre

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Première édition — 1972-10-01

[ISO 2576:1972](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6c462465-8025-400d-b707-510f63f8393a/iso-2576-1972>

CDU 669.5 : 546.48/.815

Réf. N° : ISO 2576-1972 (F)

Descripteurs : alliage de zinc, analyse chimique, analyse polarographique, dosage, cadmium, plomb.

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 2576 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 18, *Zinc et alliages de zinc*.

Elle fut approuvée en février 1972 par les Comités Membres des pays suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'
Allemagne
Autriche
Belgique
Egypte, Rép. arabe d'
Espagne
France

Inde
Irlande
Italie
Norvège
Nouvelle-Zélande
Pologne
Roumanie

ISO 2576:1972

Royaume-Uni

Suède

Tchécoslovaquie

Thaïlande

U.R.S.S.

U.S.A.

Aucun Comité Membre n'a désapprouvé le document.

Analyse chimique des alliages de zinc – Dosage polarographique du plomb et du cadmium dans les alliages de zinc avec cuivre

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie une méthode de dosage polarographique simultané du plomb et du cadmium dans les alliages de zinc avec cuivre.

Cette méthode s'applique aux alliages de zinc définis en ISO/R 301.1)

Elle permet la détermination des teneurs en plomb et en cadmium au-dessus de 0,000 5 %.

2 RÉFÉRENCES

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

ISO/R 713, *Analyse chimique des zincs – Dosage polarographique du plomb et du cadmium.*

ISO . . . , *Prélèvement et préparation des échantillons pour analyse.* (En préparation.)

3 PRINCIPE

Dosage polarographique simultané du plomb et du cadmium en milieu très faiblement acide, après élimination du cuivre par une précipitation à la salicylaldoxime, suivie de l'élimination de l'excès de réactif par lavage au chloroforme. Les dernières traces de matière organique sont détruites au chlorate.

4 RÉACTIFS

Tous les réactifs doivent être chimiquement purs pour analyse.

Pour la préparation des solutions et lors de la détermination elle-même, utiliser de l'eau bidistillée ou déminéralisée.

4.1 Acide chlorhydrique, $d = 1,19$, exempt de plomb et de cadmium.

S'assurer de cette pureté par l'essai suivant :

4.1.1 Prélever trois prises d'essai de 5 g d'un zinc Zn 99,995 ou d'un zinc Zn 99,99 pour moulage sous pression.

4.1.2 Attaquer les première et deuxième prises d'essai par 35 à 40 ml d'acide chlorhydrique (4.1), comme indiqué en 7.3 à partir de 7.3.2.

4.1.3 Pour la seconde prise d'essai, ajouter 1 ml de la solution étalon N° 2 (4.9).

4.1.4 Attaquer la troisième prise d'essai par 100 ml d'acide chlorhydrique (4.1).

4.1.5 L'acide utilisé convient si les différences entre les hauteurs des vagues correspondant aux première et troisième prises d'essai sont plus petites que celles obtenues entre les hauteurs de vagues des première et deuxième prises d'essai. Si ces conditions sont satisfaites, le volume d'acide utilisé pour une mise en solution contient moins de 0,005 mg de plomb et moins de 0,005 mg de cadmium.

4.2 Eau oxygénée, à 30 % (m/m) de H₂O₂.

4.3 Chloroforme, pur.

4.4 Salicylaldoxime, solution.

Dissoudre 4 g de salicylaldoxime pure dans 40 ml d'alcool éthylique à 94 % (V/V). Ajouter 50 ml d'eau à 80 °C en agitant.

4.5 Solution de lavage.

Diluer environ 200 fois, par de l'eau, une portion de la solution (4.4).

4.6 Chlorate de potassium, solution saturée à la température ambiante.

4.7 Acide nitrique, $d = 1,4$.

4.8 Plomb et cadmium, solution étalon N° 1.

Dans un bécher de 100 ml, introduire 0,5 g de plomb et 0,5 g de cadmium, pesés à 0,001 g près. Recouvrir d'environ 10 ml d'eau et dissoudre par environ 5 ml d'acide nitrique (4.7). Après dissolution, faire bouillir pour chasser les vapeurs nitreuses. Refroidir. Transvaser quantitativement dans un ballon jaugé de 500 ml. Compléter au volume avec

1) Bien que les alliages de zinc ne contenant pas de cuivre puissent être analysés par cette méthode, des échantillons de Zn Al 4 contenant moins de 0,002 % de cuivre pourraient être analysés par la méthode plus rapide de dosage du plomb et du cadmium dans les zincs, spécifiée en ISO/R 713.

ISO 2576-1972 (F)

de l'eau. Homogénéiser. Prélever exactement 25 ml de cette solution. Transvaser dans un ballon jaugé de 1 l. Compléter au volume avec de l'eau. Homogénéiser.

1 ml de cette solution contient 0,025 mg de plomb et 0,025 mg de cadmium.

4.9 Plomb et cadmium, solution étalon N° 2.

Prélever 10 ml de la solution étalon N° 1 (4.8). Transvaser dans un ballon jaugé de 25 ml. Compléter au volume avec de l'eau. Homogénéiser.

1 ml de cette solution contient 0,01 mg de plomb et 0,01 mg de cadmium.

4.10 Azote gazeux désoxygéné ou anhydride carbonique gazeux, pur.

4.11 Chlorure de zinc, solution exempte de plomb et de cadmium.

Dans un bécher de 1 l, de forme large, dissoudre 125 g de zinc Zn 99,99 ou Zn 99,995 dans environ 500 ml d'acide chlorhydrique (4.1). Parfaire éventuellement la dissolution par addition d'une quantité supplémentaire d'acide chlorhydrique (4.1). Évaporer à consistance sirupeuse. Reprendre par 200 ml d'eau en transvasant quantitativement dans un ballon jaugé de 500 ml. Ajouter 20 g de poussière de zinc et laisser réagir pendant 1 à 2 h. Compléter au volume avec de l'eau. Homogénéiser. Laisser déposer. Filtrer la solution sans laver. Vérifier polarographiquement l'absence de plomb et de cadmium dans cette solution.

4.12 Aluminium, solution.

Dans un bécher de 250 ml muni d'un obturateur, dissoudre par 50 ml d'acide chlorhydrique (4.1) 2,5 g d'aluminium, d'une pureté au moins égale à 99,9 %, convenablement divisé. Enlever et rincer l'obturateur, et transvaser la solution dans un ballon jaugé de 250 ml. Amener au volume et homogénéiser. Vérifier polarographiquement l'absence de plomb et de cadmium dans cette solution, en procédant de la manière suivante :

Verser 20 ml de la solution de chlorure de zinc (4.11) dans un bécher de 100 ml et continuer les opérations comme décrit de 7.2.3 à 7.2.6.

Aucune vague due au plomb ou au cadmium ne doit être perceptible.

5 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Polarographe

5.2 Bain thermostatique.

6 ÉCHANTILLONNAGE

Les échantillons doivent être prélevés selon les prescriptions de ISO/R . . .

7 MODE OPÉRATOIRE

7.1 Prise d'essai

Peser, à 0,001 g près, une prise d'essai de 5 g.

7.2 Tracé de la courbe d'étalonnage

7.2.1 Dans une série de six béchers de 100 ml, verser 20 ml de la solution de chlorure de zinc (4.11).

7.2.2 Y ajouter respectivement 1 – 2 – 5 – 10 – 15 – 20 ml de la solution étalon de plomb et de cadmium N° 1 (4.8), correspondant respectivement à des teneurs de 0,000 5 – 0,001 – 0,002 5 – 0,005 – 0,007 5 – 0,01 % de plomb et de cadmium.

7.2.3 Introduire 20 ml de la solution d'aluminium (4.12) (soit 5 ml par pourcent d'aluminium contenu dans l'échantillon).

7.2.4 Évaporer jusqu'à consistance sirupeuse. Ajouter 10 ml d'acide chlorhydrique (4.1). Évaporer à consistance sirupeuse. Ajouter de nouveau 10 ml d'acide chlorhydrique (4.1). Évaporer finalement à consistance sirupeuse en évitant d'aller complètement à sec.

7.2.5 Reprendre par environ 5 ml d'eau. Transvaser quantitativement dans des ballons jaugés de 25 ml. Amener au volume.

Le pH doit être compris entre 2 et 3.

7.2.6 Polarographier comme pour les analyses proprement dites, en choisissant la sensibilité convenable de l'appareil.

7.3 Dosage

7.3.1 Introduire la prise d'essai dans un bécher de 250 ml et attaquer par 40 ml d'acide chlorhydrique (4.1). Parfaire la dissolution en ajoutant quelques gouttes d'eau oxygénée (4.2).

7.3.2 Évaporer à consistance sirupeuse.

7.3.3 Reprendre par 125 ml d'eau en chauffant légèrement pour assurer la mise en solution des sels.

7.3.4 Ajouter 10 ml de solution de salicyldoxime (4.4) (quantité suffisante pour les alliages contenant environ 1 % de cuivre). Laisser déposer pendant au moins 30 min en agitant de temps à autre. Filtrer. Laver à l'eau additionnée de salicyldoxime (4.5) et évaporer le filtrat jusqu'au volume de 30 ml environ.

7.3.5 Transvaser quantitativement dans une ampoule à décanter de 125 ml en rinçant le bécher avec 20 ml d'eau environ. Laver ensuite la phase aqueuse deux fois par 25 ml de chloroforme pur (4.3).

7.3.6 Recueillir la phase aqueuse quantitativement, en rinçant l'ampoule à décanter avec quelques millilitres d'eau, dans un bécher de 100 ml. Évaporer jusqu'à consistance sirupeuse.

7.3.7 Ajouter environ 2,5 ml de solution saturée de chlorate de potassium (4.6). Couvrir le bécher d'un obturateur. Revenir à consistance sirupeuse en chauffant énergiquement sans aller à sec.

7.3.8 Ajouter une seconde fois 2,5 ml de chlorate de potassium (4.6). Évaporer de nouveau à consistance sirupeuse dans les mêmes conditions. Rincer et enlever l'obturateur.

7.3.9 Ajouter 5 ml d'acide chlorhydrique (4.1). Évaporer à consistance sirupeuse.

7.3.10 Recommencer l'addition de 5 ml d'acide chlorhydrique (4.1). Évaporer à consistance sirupeuse, en évitant d'aller complètement à sec.

7.3.11 Reprendre par 5 ml d'eau en agitant jusqu'à dissolution complète.

7.3.12 Transvaser quantitativement dans un ballon jaugé de 25 ml. Refroidir, amener au volume et homogénéiser.

7.3.13 Transférer une portion de cette solution dans la cellule de polarographie. Désoxygéner par barbotage d'un gaz inerte (4.10), pendant au moins 10 min.

7.4 Mesure polarographique

Introduire seulement à ce moment le mercure servant d'anode. Polarographier entre 0 et -1 V par rapport à l'électrode de mercure en choisissant la sensibilité convenable. Le potentiel de demi-vague du plomb se situe aux environs de $-0,4$ V, celui du cadmium aux environs de $-0,6$ V par rapport à l'électrode de mercure.

8 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

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

- a) la méthode utilisée et les résultats obtenus;
- b) tous les détails opératoires non prévus dans la présente Norme Internationale, ou facultatifs;
- c) tous les incidents susceptibles d'avoir agi sur les résultats;
- d) tous les renseignements nécessaires à l'identification complète de l'échantillon.

ISO 2576:1972
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6c462465-8025-400d-b707-510f63f8393a/iso-2576-1972>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2576:1972

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6c462465-8025-400d-b707-510f63f8393a/iso-2576-1972>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2576:1972

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6c462465-8025-400d-b707-510f63f8393a/iso-2576-1972>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2576:1972

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6c462465-8025-400d-b707-510f63f8393a/iso-2576-1972>