
NORME INTERNATIONALE 2741

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

Alliages de zinc — Dosage complexométrique du magnésium

Première édition — 1973-05-15

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 2741:1973](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/41e7f60d-3e4f-4869-b4f1-f2367ef47bd4/iso-2741-1973)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/41e7f60d-3e4f-4869-b4f1-f2367ef47bd4/iso-2741-1973>

CDU 669.55 : 544.11 : 546.48-1

Réf. N° : ISO 2741-1973 (F)

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

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 2741 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 18, *Zinc et alliages de zinc*, et soumise aux Comités Membres en avril 1972.

Elle a été approuvée par les Comités Membres des pays suivants :

Allemagne	France	Portugal
Australie	Inde	Roumanie
Autriche	Irlande	Suède
Belgique	Italie	Tchécoslovaquie
Canada	Japon	Thaïlande
Egypte, Rép. arabe d'	Norvège	
Espagne	Pologne	

Aucun Comité Membre n'a désapprouvé le document.

Alliages de zinc – Dosage complexométrique du magnésium

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie une méthode de détermination complexométrique de la teneur en magnésium dans les alliages de zinc.

Cette méthode est applicable aux alliages de zinc définis dans l'ISO/R 301, et aux pièces coulées sous pression avec ces alliages.

Elle permet la détermination des teneurs en magnésium comprises entre 0,01 et 0,1 %.

2 RÉFÉRENCE

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

3 PRINCIPE

Séparation du magnésium par entraînement à l'hydroxyde de fer(III) et titrage complexométrique au C.D.T.A.

4 RÉACTIFS

Tous les réactifs doivent être chimiquement purs pour analyse. Pour la préparation des solutions et pour la détermination elle-même, utiliser de l'eau distillée ou déminéralisée.

4.1 Acide chlorhydrique ($\rho = 1,19$ g/ml).

4.2 Acide chlorhydrique ($\rho = 1,19$ g/ml) dilué à 1/6 (2 N environ).

4.3 Acide nitrique ($\rho = 1,3$ à 1,4 g/ml).

4.4 Chlorure de fer(III), solution contenant 35 g de $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ et 25 ml d'acide chlorhydrique (4.1) par litre.

4.5 Hydroxyde de sodium, solution à 400 g/l (10 N), récemment préparée.

4.6 Hydroxyde de sodium, solution à 40 g/l (N).

4.7 Eau oxygénée, à 3 % (m/m) de H_2O_2 .

4.8 Ammoniaque ($\rho = 0,91$ g/ml).

4.9 Cyanure de potassium, solution à 250 g/l, récemment préparée.

4.10 Tétréthylènepentamine (Tetren), solution.¹⁾

Diluer 200 ml du réactif par de l'eau jusqu'à 1 l.

4.11 Indicateur au bleu de méthyl thymol (sel sodique de 3,3'-bis-(*NN'*-dicarboxyméthyl)-aminométhyl-thymol-sulfone-phthaléine).

Mélanger intimement, par broyage 0,1 g de bleu de méthyl thymol avec 10 g de KNO_3 .

4.12 Magnésium, solution étalon à 0,1 g/l.

Attaquer 1 g de magnésium à 99,95 %, pesé à 0,001 g près, par 10 ml d'acide chlorhydrique (4.1) et 10 ml d'eau. Diluer à 1 000 ml avec de l'eau. Prélever 25 ml de cette solution, les introduire dans une fiole jaugée de 250 ml et compléter au volume avec de l'eau. Homogénéiser.

1 ml de cette solution contient 0,1 mg de magnésium.

4.13 C.D.T.A. (acide cyclohexane 1,2 diamino tétra-acétique), solution 0,01 M.

Peser 3,64 g de C.D.T.A. Introduire dans une fiole jaugée de 1 000 ml et dissoudre dans 100 ml d'eau contenant 20 ml de solution d'hydroxyde de sodium N (4.6). Compléter au volume avec de l'eau. Homogénéiser.

1) Après accord entre les parties intéressées, cette solution (4.10) peut être utilisée à la place de la solution de cyanure de potassium (4.9).

Le titre en magnésium de cette solution est déterminé de la façon suivante :

- dans un bécher de 600 ml, introduire exactement 20 ml de la solution étalon de magnésium (4.12);
- ajouter 10 ml d'acide chlorhydrique (4.1), 250 ml d'eau et 100 ml d'ammoniaque (4.8);
- introduire un peu d'indicateur (4.11) sur une pointe de spatule et titrer à l'aide de la solution de C.D.T.A. jusqu'à disparition de la coloration bleue;
- effectuer un essai à blanc dans les mêmes conditions, hormis l'introduction de la solution étalon de magnésium (4.12).

Le titre en magnésium, T , est donné par la formule

$$T = \frac{0,002}{V_t - V_{ot}}$$

où

V_t est le volume, en millilitres, de la solution de C.D.T.A. utilisée pour titrer la solution étalon de magnésium;

V_{ot} est le volume, en millilitres, de la solution de C.D.T.A. utilisée pour l'essai à blanc.

5 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire.

6 ÉCHANTILLONNAGE

Les prescriptions de l'ISO...¹⁾ concernant le prélèvement et la préparation des échantillons pour analyse, sont applicables.

7 MODE OPÉRATOIRE

7.1 Prise d'essai

Peser, à 0,01 g près, une prise d'essai de 5 g.

7.2 Essai à blanc

Effectuer, en même temps que la détermination réelle, un essai à blanc, en opérant comme suit :

7.2.1 Dans un bécher de 400 ml muni d'un verre de montre, introduire 20 ml d'acide chlorhydrique (4.1) et 5 ml d'acide nitrique (4.3).

7.2.2 Faire bouillir pendant environ 10 min et continuer les opérations décrites en 7.3.3 à 7.3.9.

7.3 Détermination de la teneur en magnésium

7.3.1 Introduire la prise d'essai dans un bécher de 400 ml muni d'un verre de montre, et attaquer par 20 ml d'acide chlorhydrique (4.1). Parfaire la dissolution par addition de 5 ml d'acide nitrique (4.3).

7.3.2 Faire bouillir doucement pendant 10 min.

7.3.3 Ajouter successivement :

- 2 ml de solution de chlorure de fer(III) (4.4);
- 100 ml de solution d'hydroxyde de sodium (4.5) versés lentement et en agitant efficacement;
- 5 ml de solution de cyanure de potassium (4.9) ou 20 ml de solution de Tetren (4.10);
- 150 ml d'eau.

7.3.4 Amener à ébullition. Laisser digérer à chaud pendant 30 min pour obtenir une bonne floculation des hydroxydes de fer(III) et de magnésium.

7.3.5 Filtrer sur un filtre en papier serré de 110 mm de diamètre. Laver le précipité, ainsi que les parois du vase, à l'aide d'une solution chaude d'hydroxyde de sodium (4.6), puis deux fois à l'eau chaude.

7.3.6 Dissoudre le précipité sur le filtre à l'aide de 40 ml d'acide chlorhydrique chaud (4.2) et laver le filtre avec 100 ml d'eau chaude en recueillant la solution et les eaux de lavage dans le bécher ayant servi à la précipitation.

7.3.7 Ajouter 1 ml d'eau oxygénée (4.7). Ajouter de l'ammoniaque (4.8) goutte à goutte, jusqu'au début de précipitation de l'hydroxyde de fer(III), et ensuite 4 ou 5 gouttes en excès.

7.3.8 Amener à ébullition. Maintenir à chaud pendant 5 min et filtrer en recueillant le filtrat dans un bécher de 600 ml. Laver cinq fois à l'eau chaude.

7.3.9 Laisser refroidir la solution. Ajouter :

- 100 ml d'ammoniaque (4.8);
- 4 ml de solution de cyanure de potassium (4.9) ou 15 ml de solution de Tetren (4.10);
- un peu d'indicateur (4.11) sur une pointe de spatule.

Titrer à l'aide de la solution titrée 0,01 M de C.D.T.A. (4.13) jusqu'à disparition de la coloration bleue.

1) En préparation.

8 EXPRESSION DES RÉSULTATS

La teneur en magnésium, en pourcentage de masse, est donnée par la formule

$$\text{Mg \% (m/m)} = T \times (V - V_0) \times \frac{100}{m}$$

où

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

V est le volume, en millilitres, de la solution de C.D.T.A. (4.13) utilisée;

V_0 est le volume, en millilitres, de la solution de C.D.T.A. (4.13) utilisée pour l'essai à blanc.

9 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

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

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

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2741:1973

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/41e7f60d-3e4f-4869-b4f1-f2367ef47bd4/iso-2741-1973>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2741:1973

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/41e7f60d-3e4f-4869-b4f1-f2367ef47bd4/iso-2741-1973>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2741:1973

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/41e7f60d-3e4f-4869-b4f1-f2367ef47bd4/iso-2741-1973>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2741:1973

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/41e7f60d-3e4f-4869-b4f1-f2367ef47bd4/iso-2741-1973>