

NORME INTERNATIONALE **ISO** 3255



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

Magnésium et alliages de magnésium — Dosage de l'aluminium — Méthode photométrique au chromazurol S

Magnesium and magnesium alloys — Determination of aluminium — Chromazurol S photometric method

Première édition — 1974-08-15

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3255:1974

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ecf22d8d-b568-4ee3-80b5-8a1dd1df7ce/iso-3255-1974>

CDU 669.721 : 546.621 : 543.42

Réf. N° : ISO 3255-1974 (F)

Descripteurs : magnésium, alliage de magnésium, analyse chimique, dosage, aluminium, méthode photométrique.

Prix basé sur 3 pages

AVANT-PROPOS

L'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 3255 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 79, *Métaux légers et leurs alliages*, et soumise aux Comités Membres en juillet 1973.

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

Afrique du Sud, Rép. d'	Egypte, Rép. arabe d'	Nouvelle-Zélande
Allemagne	Espagne	Pologne
Australie	Finlande	Roumanie
Belgique	France	Royaume-Uni
Bulgarie	Hongrie	Suède
Canada	Irlande	Turquie
Chili	Italie	U.S.A.

Aucun Comité Membre n'a désapprouvé le document.

Magnésium et alliages de magnésium — Dosage de l'aluminium — Méthode photométrique au chromazurol S

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie une méthode photométrique au chromazurol S pour le dosage de l'aluminium dans le magnésium et certains alliages de magnésium.

La méthode est applicable aux produits ayant une teneur en aluminium comprise entre 0,01 et 0,20 %.

Cette méthode n'est pas applicable aux alliages contenant du zirconium et/ou des terres rares et/ou du thorium.

2 PRINCIPE

Mise en solution par l'acide sulfurique.

Complexage du fer et du cuivre par ajout d'acide ascorbique et de thiosulfate de sodium. Formation du complexe aluminium-chromazurol S en milieu tamponné (pH 5,3 à 5,5).

Mesurages photométriques du complexe coloré 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 Acide sulfurique, ρ 1,26 g/ml, solution 9 N environ.

Ajouter, avec précaution, 250 ml d'acide sulfurique (ρ 1,84 g/ml), solution 35,6 N environ, à 500 ml environ d'eau. Après refroidissement, compléter le volume à 1 000 ml et homogénéiser.

3.2 Acide ascorbique, solution à 10 g/l.

Dissoudre 1 g d'acide ascorbique ($C_6H_8O_6$) dans de l'eau. Compléter le volume à 100 ml et homogénéiser.

Employer une solution fraîchement préparée.

3.3 Solution tampon.

Dissoudre 150 g d'acétate de sodium trihydraté ($CH_3COONa \cdot 3H_2O$) et 5 g de thiosulfate de sodium pentahydraté ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) dans de l'eau, filtrer si nécessaire, compléter le volume à 1 000 ml et homogénéiser.

Employer une solution fraîchement préparée.

3.4 Chromazurol S, solution méthanolique à 0,1 g/l.

Dissoudre 0,1 g de chromazurol S dans une solution à 50 % (V/V) d'eau et de méthanol. Compléter le volume à 1 000 ml avec la même solution méthanolique et homogénéiser.

3.5 Acétone.

3.6 Aluminium, solution étalon à 0,05 g/l.

Dissoudre 0,879 2 g de sulfate double d'aluminium et de potassium [$Al_2(SO_4)_3 \cdot K_2SO_4 \cdot 24H_2O$] dans de l'eau. Transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 0,05 mg de Al.

3.7 Aluminium, solution étalon à 0,012 5 g/l.

Prélever 50,0 ml de la solution étalon d'aluminium (3.6) et les introduire dans une fiole jaugée de 200 ml, compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 0,012 5 mg de Al.

Préparer cette solution au moment de l'emploi.

4 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et

4.1 Spectrophotomètre, ou

4.2 Photocolorimètre, muni de filtres assurant un maximum d'absorption entre 535 et 555 nm.

5 ÉCHANTILLONNAGE

5.1 Échantillon pour laboratoire¹⁾

5.2 Échantillon pour essai

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

1) L'échantillonnage du magnésium et des alliages de magnésium fera l'objet d'une Norme Internationale ultérieure.

6 MODE OPÉRATOIRE

6.1 Prise d'essai

Peser, à 0,001 g près 0,5 g de l'échantillon pour essai (5.2).

6.2 Essai à blanc

Effectuer, parallèlement à l'analyse, un essai à blanc, en suivant le même mode opératoire et en utilisant les mêmes quantités de tous les réactifs que celles employées pour le dosage, sauf la quantité de la solution d'acide sulfurique (3.1) qui doit être réduite à 5 ml.

6.3 Établissement des courbes d'étalonnage

6.3.1 Préparation des solutions témoins (rapportées à des mesurages photométriques effectués avec un parcours optique de 2 cm)

6.3.1.1 TENEURS EN ALUMINIUM COMPRISES ENTRE 0,01 ET 0,05 %

Dans une série de six fioles jaugées de 250 ml, introduire 5 ml de la solution d'acide sulfurique (3.1) et ensuite respectivement les volumes de la solution étalon d'aluminium (3.7) indiqués dans le tableau 1.

TABLEAU 1

Volume de la solution étalon d'aluminium (3.7)	Masse correspondante d'aluminium	Aluminium dans l'échantillon
ml	mg	%
0*	0	—
2,0	0,025 0	0,01
5,0	0,062 5	0,02
10,0	0,125 0	0,03
15,0	0,187 5	0,04
20,0	0,250 0	0,05

* Solution de compensation

Compléter au volume et homogénéiser.

Prélever 20,0 ml de chaque solution témoin et les introduire respectivement dans des fioles jaugées de 100 ml. Ajouter 5 ml de la solution d'acide ascorbique (3.2), 20 ml de la solution tampon (3.3), 20 ml de la solution de chromazurol S (3.4) et 2 ml d'acétone (3.5). Compléter au volume et homogénéiser. Le pH des solutions doit être compris entre 5,3 et 5,5.

La masse en Al de ces solutions témoins est respectivement de :

0 – 0,002 – 0,005 – 0,010 – 0,015 – 0,020 mg.

6.3.1.2 TENEURS EN ALUMINIUM COMPRISES ENTRE 0,05 ET 0,20 %

Dans une série de six fioles jaugées de 250 ml, introduire 5 ml de la solution d'acide sulfurique (3.1) et ensuite respectivement les volumes de la solution étalon d'aluminium (3.6) indiqués dans le tableau 2.

TABLEAU 2

Volume de la solution étalon d'aluminium (3.6)	Masse correspondante d'aluminium	Aluminium dans l'échantillon
ml	mg	%
0*	0	—
2,0	0,100	0,02
5,0	0,250	0,05
10,0	0,500	0,10
15,0	0,750	0,15
20,0	1,000	0,20

* Solution de compensation

Compléter au volume et homogénéiser.

Prélever 5,0 ml de chaque solution témoin et les introduire respectivement dans des fioles jaugées de 100 ml. Ajouter 5 ml de la solution d'acide ascorbique (3.2), 5 ml de la solution tampon (3.3), 20 ml de la solution de chromazurol S (3.4) et 2 ml d'acétone (3.5). Compléter au volume et homogénéiser. Le pH des solutions doit être compris entre 5,3 et 5,5.

La masse en Al de ces solutions témoins est respectivement de :

0 – 0,002 – 0,005 – 0,010 – 0,015 – 0,020 mg.

6.3.2 Mesures photométriques

Après 25 min, mais avant 30 min, effectuer les mesurages photométriques au moyen du spectrophotomètre (4.1), au maximum de la courbe d'absorption (longueur d'onde aux environs de 545 nm) ou du photocolorimètre (4.2) muni de filtres appropriés, après avoir ajusté l'appareil au zéro d'absorbance par rapport à la solution de compensation.

6.3.3 Tracé des courbes d'étalonnage

Tracer deux graphiques — respectivement pour des teneurs en aluminium comprises entre 0,01 et 0,05 % (6.3.3.1) et pour des teneurs en aluminium comprises entre 0,05 et 0,20 % (6.3.3.2) — en portant, par exemple, sur l'axe des abscisses les valeurs, exprimées en milligrammes, des quantités d'aluminium (Al) contenues dans 100 ml de solution témoin et sur l'axe des ordonnées, les valeurs correspondantes de l'absorption.

6.4 Dosage

6.4.1 Préparation de la solution d'essai

Introduire la prise d'essai (6.1) dans un bécier de capacité convenable (250 ml, par exemple), le couvrir avec un verre de montre et ajouter 20 ml d'eau. Ajouter ensuite, par

petites fractions, 10 ml de la solution d'acide sulfurique (3.1). Une fois la réaction terminée, amener à l'ébullition et faire bouillir durant 1 à 2 min. Refroidir, filtrer si nécessaire et transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 250 ml. Compléter au volume et homogénéiser.

6.4.2 Développement de la coloration

La partie aliquote à prélever en fonction de la teneur en aluminium à doser, ainsi que la quantité de solution tampon à employer, sont indiquées dans le tableau 3.

TABLEAU 3

Teneur présumée en aluminium	Partie aliquote à prélever pour la réaction colorée		Volume de la solution tampon (3.3)
	Volume	Masse correspondante d'aluminium	
%	ml	mg	ml
0,01 à 0,05	20	0,004 à 0,020	20
0,05 à 0,20	5	0,005 à 0,020	5

À la partie aliquote correspondante, introduite dans une fiole jaugée de 100 ml, ajouter 5 ml de la solution d'acide ascorbique (3.2), la quantité de la solution tampon (3.3) indiquée dans le tableau 3, 20 ml de la solution de chromazurol S (3.4) et 2 ml d'acétone (3.5). Compléter au volume et homogénéiser. La solution doit avoir un pH compris entre 5,3 et 5,5.

6.4.3 Mesures photométriques

Après 25 min, mais avant 30 min, effectuer le mesurage photométrique selon les modalités décrites en 6.3.2, après avoir ajusté l'appareil au zéro d'absorbance par rapport à la solution de l'essai à blanc.

7 EXPRESSION DES RÉSULTATS

Au moyen des courbes d'étalonnage 6.3.3.1 ou 6.3.3.2, déterminer la quantité d'aluminium correspondant à la valeur de la mesure photométrique de la partie aliquote de la solution d'essai.

La teneur en aluminium (Al), est donnée, en pourcentage en masse, par la formule

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

où

m_0 est la masse, en milligrammes, de la prise d'essai (6.1);

m_1 est la masse, en milligrammes, d'aluminium trouvé dans la partie aliquote de la solution d'essai;

R est le rapport entre le volume de la solution d'essai et le volume de la partie aliquote prélevée pour la réaction colorée.

8 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

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

- référence de la méthode utilisée;
- 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 facultatives.

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3255:1974

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ecf22d8d-b568-4ee3-80b5-8a1dd1df7ce/iso-3255-1974>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3255:1974

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ecf22d8d-b568-4ee3-80b5-8a1dd1df7ce/iso-3255-1974>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3255:1974

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ecf22d8d-b568-4ee3-80b5-8a1dd1df7ce/iso-3255-1974>