
NORME INTERNATIONALE 3256

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

Aluminium et alliages d'aluminium – Dosage du magnésium – Méthode par absorption atomique

Aluminium and aluminium alloys – Determination of magnesium – Atomic absorption spectrophotometric method

Première édition – 1977-05-01

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 3256:1977](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c227d63a-27a3-4489-8c6e-d948c9b50195/iso-3256-1977>

CDU 669.71 : 546.46 : 543.422

Réf. n° : ISO 3256-1977 (F)

Descripteurs : aluminium, alliage d'aluminium, analyse chimique, dosage, magnésium, méthode spectrophotométrique, méthode spectroscopique d'absorption atomique.

Prix basé sur 4 pages

AVANT-PROPOS

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est confiée aux comités techniques de l'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 3256 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 79, *Métaux légers et leurs alliages*, et a été soumise aux comités membres en septembre 1976.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c227d63a-27a3-4489-8c6e-d948c9b51119/iso-3256-1977>

Afrique du Sud, Rép. d'	France	Portugal
Allemagne	Hongrie	Suède
Australie	Italie	Suisse
Belgique	Japon	Tchécoslovaquie
Bulgarie	Mexique	Turquie
Corée, Rép. de	Norvège	U.R.S.S.
Espagne	Pologne	U.S.A.

Le comité membre du pays suivant l'a désapprouvée pour des raisons techniques :

Royaume-Uni

Aluminium et alliages d'aluminium – Dosage du magnésium – Méthode par absorption atomique

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme internationale spécifie une méthode par spectrophotométrie d'absorption atomique pour le dosage du magnésium dans l'aluminium et ses alliages.

La méthode est applicable aux produits ayant une teneur en magnésium comprise entre 0,01 et 5 %.

2 RÉFÉRENCE

ISO . . . , *Conditions générales pour l'application de la spectrophotométrie d'absorption*.¹⁾

3 PRINCIPE

Mise en solution de la prise d'essai par l'acide chlorhydrique et le peroxyde d'hydrogène, pulvérisation de la solution au sein d'une flamme air-acétylène en présence de chlorure de strontium ou monoxyde de diazote-acétylène de l'appareil d'absorption atomique.

Comparaison de l'absorption de l'énergie de résonance du magnésium (longueur d'onde de 285,2 nm normalement, ou 279,6 nm : moins sensible) avec celle des solutions étalons.

4 RÉACTIFS

Au cours de l'analyse, n'utiliser que des réactifs de qualité analytique reconnue, et que de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

4.1 Acide chlorhydrique, ρ 1,1 g/ml, solution à 20 % (m/m) environ.

Diluer 500 ml d'acide chlorhydrique, ρ 1,19 g/ml environ, solution à 38 % (m/m) environ, avec 500 ml d'eau.

4.2 Peroxyde d'hydrogène, solution à 30 % (m/m) environ.

4.3 Acide sulfurique, ρ 1,48 g/ml environ, solution à 58 % (m/m) environ.

Ajouter à 40 ml d'eau, en agitant et en refroidissant, 50 ml d'acide sulfurique, ρ 1,84 g/ml environ, solution à 96 % (m/m) environ. Refroidir à nouveau, compléter le volume à 100 ml dans une fiole jaugée et homogénéiser.

4.4 Acide fluorhydrique, ρ 1,13 g/ml environ, solution à 40 % (m/m) environ.

4.5 Acide nitrique, ρ 1,40 g/ml environ, solution à 68 % (m/m) environ.

4.6 Aluminium, solution de base à 20 g/l.

Peser, à 0,01 g près, 20 g d'aluminium préalablement décapé exempt de magnésium (titre \geq 99,99 %); les introduire dans un bécher de capacité convenable (1 000 ml par exemple) et couvrir. Ajouter, par petites fractions, 800 ml de l'acide chlorhydrique (4.1) et, si nécessaire, une goutte de mercure métallique pour faciliter l'attaque. Si nécessaire, chauffer modérément pour faciliter la dissolution; puis ajouter quelques gouttes du peroxyde d'hydrogène (4.2), faire bouillir durant quelques minutes pour éliminer l'excès de peroxyde d'hydrogène. Après refroidissement, transvaser quantitativement la solution obtenue dans une fiole jaugée de 1 000 ml; diluer au volume et homogénéiser.

25 ml de cette solution contiennent 0,5 g d'aluminium.

4.7 Aluminium, solution de base à 1 g/l.

Transvaser 50,0 ml de la solution de base d'aluminium (4.6) dans une fiole jaugée de 1 000 ml; diluer au volume et homogénéiser.

100 ml de cette solution contiennent 0,1 g d'aluminium.

25 ml de cette solution contiennent 0,025 g d'aluminium.

5 ml de cette solution contiennent 0,005 g d'aluminium.

4.8 Chlorure de strontium (SrCl_2), solution à 50 g/l.

Peser, à 0,01 g près, 76 g de $\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$; les transvaser dans un bécher de 400 ml, par exemple, et les dissoudre dans 400 ml d'eau. Transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 500 ml; diluer au volume et homogénéiser.

Conserver cette solution dans une bouteille en matière plastique.

1) En préparation.

4.9 Magnésium, solution étalon à 1 g/l.

Peser, à 0,000 2 g près, 1 g de magnésium extra pur (titre $\geq 99,95$ %) et le transvaser dans une fiole conique de 1 000 ml par exemple. Ajouter 200 ml d'eau environ, puis 30 ml de l'acide chlorhydrique (4.1) et couvrir. Lorsque la dissolution est complète, transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 1 000 ml; diluer au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution contient 1 mg de magnésium.

4.10 Magnésium, solution étalon à 0,05 g/l.

Transvaser 50,0 ml de la solution étalon (4.9) dans une fiole jaugée de 1 000 ml; diluer au volume et homogénéiser.

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

5 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Burette, graduée en 0,05 ml.

5.2 Spectrophotomètre d'absorption atomique, muni d'un brûleur alimenté par bouteilles d'air comprimé, d'acétylène et (ou) monoxyde de diazote.

5.3 Lampe à cathode creuse au magnésium.

6 ÉCHANTILLONNAGE

6.1 Échantillon pour laboratoire¹⁾

6.2 Échantillon pour essai

Des copeaux d'épaisseur inférieure à 1 mm doivent être obtenus par fraisage ou perçage.

7 MODE OPÉRATOIRE

7.1 Prise d'essai

Peser, à 0,000 1 g près, 0,5 g de l'échantillon pour essai (6.2).

7.2 Établissement de la courbe d'étalonnage

7.2.1 Préparation des solutions étalons

7.2.1.1 TENEURS EN MAGNÉSIUM COMPRISES ENTRE 0,01 ET 0,05 %

Dans une série de six fioles jaugées de 250 ml, introduire les volumes de la solution étalon de magnésium (4.10) indiqués

dans le tableau 1 à l'aide de la burette (5.1). Ajouter dans chaque fiole 5 ml de la solution d'aluminium (4.7) et, seulement dans le cas de la flamme air-acétylène, 5 ml de la solution de chlorure de strontium (4.8); diluer au volume et homogénéiser.

TABLEAU 1

Solution étalon de magnésium (4.10)	Masse correspondante de magnésium	Masse présente d'aluminium	Magnésium dans l'échantillon
ml	mg	g	%
0*	0	0,5	0
1	0,05	0,5	0,01
2	0,10	0,5	0,02
3	0,15	0,5	0,03
4	0,20	0,5	0,04
5	0,25	0,5	0,05

* Essai à blanc des réactifs de la courbe d'étalonnage.

iTech STANDARD PREVIEW
(standards.itech.ai)
ISO 3256:1977
https://standards.itech.ai/catalog/standards/sic/3256:1977
d948c9b50197e5551a772

7.2.1.2 TENEURS EN MAGNÉSIUM COMPRISES ENTRE 0,05 ET 0,25 %

Dans une série de six fioles jaugées de 250 ml, introduire les volumes de la solution étalon de magnésium (4.10) indiqués dans le tableau 2, à l'aide de la burette (5.1). Ajouter dans chaque fiole 100 ml de la solution d'aluminium (4.7) et, seulement dans le cas de la flamme air-acétylène, 5 ml de la solution de chlorure de strontium (4.8); diluer au volume et homogénéiser.

TABLEAU 2

Solution étalon de magnésium (4.10)	Masse correspondante de magnésium	Masse présente d'aluminium	Magnésium dans l'échantillon
ml	mg	g	%
0*	0	0,1	0
1	0,05	0,1	0,05
2	0,10	0,1	0,10
3	0,15	0,1	0,15
4	0,20	0,1	0,20
5	0,25	0,1	0,25

* Essai à blanc des réactifs de la courbe d'étalonnage.

1) L'échantillonnage de l'aluminium et des alliages d'aluminium fera l'objet d'une Norme internationale ultérieure.

7.2.1.3 TENEURS EN MAGNÉSIUM COMPRISES ENTRE 0,25 ET 1 %

Dans une série de six fioles jaugées de 250 ml, introduire les volumes de la solution étalon de magnésium (4.10) indiqués dans le tableau 3, à l'aide de la burette (5.1). Ajouter dans chaque fiole 25 ml de la solution d'aluminium (4.7) et, seulement dans le cas de la flamme air-acétylène, 5 ml de la solution de chlorure de strontium (4.8); diluer au volume et homogénéiser.

TABLEAU 3

Solution étalon de magnésium (4.10)	Masse correspondante de magnésium	Masse présente d'aluminium	Magnésium dans l'échantillon
ml	mg	g	%
0*	0	0,025	0
1	0,05	0,025	0,2
2	0,10	0,025	0,4
3	0,15	0,025	0,6
4	0,20	0,025	0,8
5	0,25	0,025	1,0

* Essai à blanc des réactifs de la courbe d'étalonnage.

7.2.1.4 TENEURS EN MAGNÉSIUM COMPRISES ENTRE 1 ET 5 %

Dans une série de six fioles jaugées de 250 ml, introduire les volumes de la solution étalon de magnésium (4.10) indiqués dans le tableau 4, à l'aide de la burette (5.1). Ajouter dans chaque fiole 5 ml de la solution d'aluminium (4.7) et, seulement dans le cas de la flamme air-acétylène, 5 ml de la solution de chlorure de strontium (4.8); diluer au volume et homogénéiser.

TABLEAU 4

Solution étalon de magnésium (4.10)	Masse correspondante de magnésium	Masse présente d'aluminium	Magnésium dans l'échantillon
ml	mg	g	%
0*	0	0,005	0
1	0,05	0,005	1
2	0,10	0,005	2
3	0,15	0,005	3
4	0,20	0,005	4
5	0,25	0,005	5

* Essai à blanc des réactifs de la courbe d'étalonnage.

7.2.2 Mesures spectrophotométriques et tracé des courbes d'étalonnage

Pulvériser les solutions étalons au sein de la flamme et mesurer l'intensité des radiations non absorbées à une longueur d'onde de 285,2 nm par exemple. Puis tracer les courbes d'étalonnage.

7.3 Dosage

7.3.1 Préparation de la solution d'essai

Transvaser la prise d'essai (7.1) dans un bécher de 250 ml par exemple, et couvrir. Ajouter environ 30 à 40 ml d'eau puis, par petites quantités, 20 ml de l'acide chlorhydrique (4.1); chauffer modérément si nécessaire pour parfaire la dissolution. Ajouter quelques gouttes du peroxyde d'hydrogène (4.2) et faire bouillir durant environ 10 min pour éliminer l'excès de peroxyde d'hydrogène. Filtrer si nécessaire.

NOTE — Pour les teneurs en silicium supérieures à 1 %, procéder comme suit :

Placer le filtre contenant le silicium dans un creuset en platine et l'incinérer en prenant soin de ne pas l'enflammer; puis le calciner à environ 550 °C. Après refroidissement, ajouter 2 ml d'acide sulfurique (4.3), 5 ml de l'acide fluorhydrique (4.4) et, goutte à goutte, de l'acide nitrique (4.5) jusqu'à obtention d'une solution limpide (1 ml environ). Evaporer à sec et calciner à nouveau à environ 700 °C durant quelques minutes pour volatiliser complètement le silicium. Après refroidissement, mettre en solution la matière non volatile avec la plus petite quantité possible d'acide chlorhydrique (4.1); filtrer, si nécessaire, et ajouter quantitativement ce filtrat au filtrat précédent.

7.3.1.1 TENEURS EN MAGNÉSIUM COMPRISES ENTRE 0,01 ET 0,05 %

Transvaser quantitativement la solution (7.3.1) dans une fiole jaugée de 250 ml. Ajouter, seulement dans le cas de la flamme air-acétylène, 20 ml de la solution de chlorure de strontium (4.8); diluer au volume et homogénéiser. Utiliser la courbe d'étalonnage (7.2.1.1).

7.3.1.2 TENEURS EN MAGNÉSIUM COMPRISES ENTRE 0,05 ET 0,25 %

Transvaser quantitativement la solution (7.3.1) dans une fiole jaugée de 500 ml; diluer au volume et homogénéiser. Puis introduire, à la pipette, 100,0 ml de la solution obtenue dans une fiole jaugée de 250 ml. Ajouter, seulement dans le cas de la flamme air-acétylène, 5 ml de la solution de chlorure de strontium (4.8); diluer au volume et homogénéiser. Utiliser la courbe d'étalonnage (7.2.1.2).

7.3.1.3 TENEURS EN MAGNÉSIUM COMPRISES ENTRE 0,25 ET 1 %

Transvaser quantitativement la solution (7.3.1) dans une fiole jaugée de 500 ml; diluer au volume et homogénéiser. Puis introduire, à la pipette, 25,0 ml de la solution obtenue dans une fiole jaugée de 250 ml. Ajouter, seulement dans le cas de la flamme air-acétylène, 5 ml de la solution de chlorure de strontium (4.8); diluer au volume et homogénéiser. Utiliser la courbe d'étalonnage (7.2.1.3).

7.3.1.4 TENEURS EN MAGNÉSIUM COMPRISES ENTRE 1 ET 5 %

Transvaser quantitativement la solution (7.3.1) dans une fiole jaugée de 500 ml; diluer au volume et homogénéiser. Puis introduire, à la pipette, 5,0 ml de la solution obtenue dans une fiole jaugée de 250 ml. Ajouter, seulement dans le cas de la flamme air-acétylène, 5 ml de la solution de chlorure de strontium (4.8); diluer au volume et homogénéiser. Utiliser la courbe d'étalonnage (7.2.1.4).

8 EXPRESSION DES RÉSULTATS

Au moyen des courbes d'étalonnage, déterminer la quantité de magnésium correspondant aux mesures spectrophotométriques de la solution d'essai et des solutions d'essai à blanc.

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

$$\frac{(m_2 - m_1) \times r}{10 m_0}$$

où

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai (0,5 g);

m_1 est la masse, en milligrammes, de magnésium trouvé dans la solution de l'essai à blanc;

m_2 est la masse, en milligrammes, de magnésium trouvé dans la solution d'essai (totalité ou partie aliquote) soumise à la lecture spectrophotométrique;

r est le rapport entre le volume de la dilution de la totalité de la prise d'essai (250 ou 1 250 ou 5 000 ou 25 000 ml) et le volume de chaque solution étalon prélevé (250 ml).

9 INTERVALLE DE CONFIANCE DES RÉSULTATS

[En cours d'étude]

10 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

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

- a) référence à la méthode utilisée;
- b) résultats, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;
- c) compte rendu de tous détails particuliers éventuels relevés au cours de l'essai;
- d) compte rendu de toutes opérations non prévues dans la présente Norme internationale, ou de toutes opérations facultatives.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3256:1977

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c227d63a-27a3-4489-8c6e-d948c9b50195/iso-3256-1977>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3256:1977

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c227d63a-27a3-4489-8c6e-d948c9b50195/iso-3256-1977>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3256:1977

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c227d63a-27a3-4489-8c6e-d948c9b50195/iso-3256-1977>