
NORME INTERNATIONALE 3750

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

Alliages de zinc — Dosage du magnésium — Méthode par absorption atomique

Zinc alloys — Determination of magnesium content — Atomic absorption method

Première édition — 1976-09-30

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 3750:1976](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4ecf50e7-7d0c-4a88-9df0-7c266db04ba5/iso-3750-1976)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4ecf50e7-7d0c-4a88-9df0-7c266db04ba5/iso-3750-1976>

CDU 669.55 : 546.46 : 543.422

Réf. n° : ISO 3750-1976 (F)

Descripteurs : alliage de zinc, analyse chimique, dosage, magnésium, méthode spectroscopique d'absorption atomique.

AVANT-PROPOS

L'ISO (Organisation Internationale de Normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (Comités Membres ISO). L'élaboration des 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 3750 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 18, *Zinc et alliages de zinc*, et a été soumise aux Comités Membres en juin 1975.

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

Afrique du Sud, Rép. d'	Espagne	Pologne
Allemagne	France	Royaume-Uni
Australie	Inde	Tchécoslovaquie
Autriche	Irlande	Turquie
Belgique	Italie	U.R.S.S.
Brésil	Japon	Yougoslavie
Canada	Mexique	
Égypte, Rép. arabe d'	Norvège	

Aucun Comité Membre n'a désapprouvé le document.

Alliages de zinc – Dosage du magnésium – Méthode par absorption atomique

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie une méthode de dosage par absorption atomique du magnésium dans les alliages de zinc.

Cette méthode est applicable aux alliages de zinc définis dans l'ISO/R 301. Elle permet la détermination des teneurs en magnésium comprises entre 0,01 et 0,08 %.

2 RÉFÉRENCES

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

ISO 3752, *Alliages de zinc en lingots – Prélèvement et préparation des échantillons pour l'analyse chimique*.

3 PRINCIPE

Mise en solution d'une prise d'essai en milieu acide chlorhydrique-acide nitrique. Dilution convenable puis ajout d'un sel de lanthane pour atténuer l'effet de l'aluminium.

Pulvérisation de la solution au sein d'une flamme air-acétylène (ou protoxyde d'azote-acétylène) et dosage du magnésium par mesurage spectrophotométrique de l'absorption atomique de la raie 285,21 nm, émise par une lampe à cathode creuse au magnésium.

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 distillée ou déminéralisée de pureté équivalente.

4.1 Acide chlorhydrique, ρ 1,19 g/ml.

4.2 Acide nitrique, ρ 1,4 g/ml.

4.3 Mélange acide chlorhydrique-acide nitrique.

Mélanger 180 ml de l'acide chlorhydrique (4.1) à 4 ml de l'acide nitrique (4.2).

4.4 Lanthane, solution à 5 %.

Dissoudre 29,5 g d'oxyde de lanthane (La_2O_3) dans 25 ml de l'acide chlorhydrique (4.1). Transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 500 ml. Compléter au volume avec de l'eau. Homogénéiser.

4.5 Zinc, solution à 10 g/l.

Attaquer 10 g de zinc (titre 99,99 %) exempt de magnésium¹⁾ par 60 ml du mélange d'acides (4.3). Évaporer jusqu'à consistance sirupeuse. Reprendre avec de l'eau et transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Compléter au volume avec de l'eau.

4.6 Aluminium, solution à 0,8 g/l.

Attaquer 0,8 g d'aluminium (titre 99,99 %) exempt de magnésium¹⁾ par le minimum de l'acide chlorhydrique (4.1) nécessaire. Transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Compléter au volume avec de l'eau. Homogénéiser.

4.7 Magnésium, solution étalon correspondant à 0,5 g de Mg par litre.

Dans un bécher de 250 ml muni d'un verre de montre, verser 20 ml d'eau puis 5 ml de l'acide chlorhydrique (4.1). Introduire 0,5 g de magnésium d'une pureté au moins égale à 99,95 %, pesé à 0,001 g près. Après dissolution du métal, refroidir et transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Compléter au volume avec de l'eau. Homogénéiser.

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

1) Pour vérifier que la solution (4.5) ou (4.6) a une teneur en magnésium suffisamment faible, procéder de la façon suivante :

Dans deux fioles jaugées de 100 ml, introduire respectivement 0 et 0,5 ml de la solution étalon de magnésium (4.8), soit 0 et 0,05 mg/l de magnésium.

Compléter au volume avec de l'eau. Homogénéiser.

Comparer la solution (4.5) ou (4.6) à ces solutions d'étalonnage par mesurage spectrophotométrique d'absorption atomique selon les spécifications de 7.4.

La réponse ne devra pas être supérieure à celle de la solution à 0,05 mg/l.

4.8 Magnésium, solution étalon correspondant à 0,01 g de Mg par litre.

Introduire 20 ml (mesurés exactement) de la solution étalon de magnésium (4.7) dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Ajouter 5 ml de l'acide chlorhydrique (4.1). Compléter au volume avec de l'eau. Homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 0,01 mg de magnésium.

5 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Spectrophotomètre d'absorption atomique, équipé d'une lampe à cathode creuse au magnésium et muni d'un brûleur alimenté par un mélange air-acétylène¹⁾. Le parcours optique dans la flamme est compris entre 5 et 10 cm.

6 ÉCHANTILLONNAGE

Les échantillons doivent être prélevés conformément aux spécifications de l'ISO 3752.

7 MODE OPÉRATOIRE

7.1 Prise d'essai

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

7.2 Préparation des solutions d'étalonnage

7.2.1 Dans une série de huit fioles jaugées de 100 ml, introduire 5 ml de l'acide chlorhydrique (4.1).

7.2.2 Ajouter 20 ml de la solution de zinc (4.5), 10 ml de la solution d'aluminium (4.6) et, respectivement, 0 – 2 – 5 – 7 – 10 – 12 – 14 – 16 ml de la solution étalon de magnésium (4.8), correspondant respectivement à des teneurs de 0 – 0,01 – 0,025 – 0,035 – 0,05 – 0,06 – 0,07 – 0,08 % de magnésium.

7.2.3 Ajouter 5 ml de la solution de lanthane (4.4). Compléter au volume avec de l'eau. Homogénéiser.

7.3 Préparation de la solution d'essai

7.3.1 Introduire la prise d'essai dans un bécher de 250 ml muni d'un verre de montre et attaquer par 40 ml du mélange d'acides (4.3).

7.3.2 Évaporer jusqu'à consistance sirupeuse, puis reprendre par 40 à 50 ml d'eau.

7.3.3 Ajouter 25 ml de l'acide chlorhydrique (4.1) et chauffer légèrement pour assurer la mise en solution des sels.

7.3.4 Transvaser en fiole jaugée de 250 ml. Compléter au volume avec de l'eau. Homogénéiser.

7.3.5 Introduire 10 ml (mesurés exactement) de cette solution dans une fiole jaugée de 100 ml. Ajouter 4 ml de l'acide chlorhydrique (4.1), puis 5 ml de la solution de lanthane (4.4). Compléter au volume avec de l'eau. Homogénéiser.

7.4 Mesures spectrophotométriques

Mesurer l'absorption atomique de la raie 285,21 nm, émise par la lampe à cathode creuse au magnésium, en effectuant simultanément les lectures sur la solution d'essai et les solutions d'étalonnage, dans une séquence telle que l'on soit assuré que les conditions de réglage du brûleur et de l'appareil n'aient pas varié au cours de la série. Entre chaque passage de solution, pulvériser un peu d'eau pour nettoyer le brûleur.

Il est conseillé, de façon à réaliser une meilleure reproductibilité et une meilleure sensibilité, d'utiliser une flamme légèrement réductrice.

8 EXPRESSION DES RÉSULTATS

Porter les résultats des mesurages spectrophotométriques des solutions d'étalonnage sur un diagramme, en fonction de la concentration. Déterminer la concentration de la solution d'essai en se référant à la courbe ainsi obtenue. En déduire la teneur en magnésium de l'échantillon.

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, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;
- 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.

1) Si l'on dispose de l'appareillage nécessaire, et après accord entre les parties intéressées, on peut utiliser une flamme protoxyde d'azote-acétylène à la place de la flamme air-acétylène.