
NORME INTERNATIONALE 4058

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

Magnésium et alliages de magnésium — Dosage du nickel — Méthode photométrique à la diméthylglyoxime

Magnesium and its alloys — Determination of nickel — Photometric method using dimethylglyoxime

Première édition — 1977-09-15

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 4058:1977](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/96df2c5c-c323-4b30-98c7-5051f17c1e7f/iso-4058-1977>

CDU 669.721 : 546.74 : 543.42

Réf. n° : ISO 4058-1977 (F)

Descripteurs : magnésium, alliage d'aluminium, analyse chimique, dosage, nickel, méthode spectrophotométrique.

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 4058 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 : [ISO 4058:1977](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/96df2c5c-c323-4b30-98c7-5051f17c-7058-1977>

Afrique du Sud, Rép. d'	Hongrie	Roumanie
Australie	Inde	Royaume-Uni
Belgique	Italie	Suède
Bulgarie	Japon	Tchécoslovaquie
Canada	Mexique	Turquie
Chili	Norvège	U.R.S.S.
Corée, Rép. de	Philippines	U.S.A.
Espagne	Pologne	Yougoslavie
France	Portugal	

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

Magnésium et alliages de magnésium – Dosage du nickel – Méthode photométrique à la diméthylglyoxime

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme internationale spécifie une méthode photométrique à la diméthylglyoxime (complexe oxydé) pour le dosage du nickel dans le magnésium et ses alliages.

La méthode est applicable au dosage de teneurs en nickel comprises entre 0,000 5 et 0,05 %.

2 PRINCIPE

Mise en solution d'une prise d'essai par l'acide chlorhydrique et l'acide nitrique. Complexage des éléments interférents par ajout de chlorure d'hydroxylammonium, d'acide citrique et de thiourée. Formation du complexe nickel-diméthylglyoxime et extraction de ce complexe par le chloroforme.

Passage du nickel du complexe nickel-diméthylglyoxime en solution aqueuse par traitement à l'acide chlorhydrique dilué. Oxydation du nickel à l'eau de brome et développement de la réaction colorée par ajout de diméthylglyoxime en milieu ammoniacal. Mesurage photométrique du complexe coloré au maximum de la courbe d'absorption (longueur d'onde aux environs de 445 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 chlorhydrique, ρ 1,18 g/ml environ, solution à 36 % (m/m) ou 12 N environ.

3.2 Acide nitrique, ρ 1,40 g/ml environ, solution à 68 % (m/m) ou 15 N environ.

3.3 Chlorure d'hydroxylammonium, solution à 100 g/l.

Dissoudre 10 g de chlorure d'hydroxylammonium ($\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$) dans 40 ml environ d'eau, compléter le volume à 100 ml et homogénéiser.

Renouveler cette solution chaque semaine.

3.4 Acide citrique, solution à 300 g/l.

Dissoudre 300 g d'acide citrique ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7\cdot\text{H}_2\text{O}$) dans de l'eau, compléter le volume à 1 000 ml et homogénéiser.

3.5 Thiourée, solution à 100 g/l.

Dissoudre 100 g de thiourée (NH_2CSNH_2) dans de l'eau, compléter le volume à 1 000 ml et homogénéiser.

3.6 Ammoniaque, ρ 0,91 g/ml environ, solution à 25 % (m/m) ou 15 N environ.

3.7 Diméthylglyoxime, solution éthanolique à 10 g/l.

Dissoudre 10 g de diméthylglyoxime ($\text{C}_4\text{H}_8\text{O}_2\text{N}_2$) dans de l'éthanol à 95 % (V/V), compléter le volume à 1 000 ml avec le même éthanol et homogénéiser.

3.8 Chloroforme (CHCl_3), ρ 1,48 g/ml environ.

3.9 Ammoniaque, solution à 0,50 % (m/m) environ.

Diluer 20 ml de la solution d'ammoniaque (3.6) avec de l'eau, compléter le volume à 1 000 ml et homogénéiser.

3.10 Acide chlorhydrique, solution à 1,8 % (m/m) environ.

Diluer 50 ml de la solution d'acide chlorhydrique (3.1) avec de l'eau, compléter le volume à 1 000 ml et homogénéiser.

3.11 Eau de brome, solution saturée à la température ambiante.

La solution doit être préparée 24 h avant son utilisation.

3.12 Nickel, solution étalon à 1 g/l.

Préparer cette solution selon l'une des méthodes suivantes :

3.12.1 Peser, à 0,001 g près, 1 g de nickel pur (titre supérieur ou égal à 99,7 %) et l'introduire dans un bécher de forme haute, de capacité convenable (600 ml, par exemple).

Le couvrir d'un verre de montre, ajouter 10 ml d'eau et 10 ml de la solution d'acide nitrique (3.2).

Laisser attaquer lentement le nickel, en chauffant modérément, si nécessaire, pour compléter l'attaque. Une fois la réaction terminée, ajouter 10 ml de la solution d'acide chlorhydrique (3.1) et évaporer, avec soin, jusqu'à siccité (ne pas calciner).

Répéter encore une fois le traitement à l'acide chlorhydrique (3.1), puis reprendre le résidu avec de l'eau, chauffer pour compléter la dissolution des sels, transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 1 mg de nickel (Ni).

3.12.2 Peser, à 0,001 g près, 6,730 g de sulfate double d'ammonium et de nickel hexahydraté $[(NH_4)_2SO_4 \cdot NiSO_4 \cdot 6H_2O]$. Les dissoudre 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 1 mg de nickel (Ni).

3.13 Nickel, solution étalon à 0,1 g/l.

Prélever 100,0 ml de la solution étalon de nickel (3.12), les placer dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 0,1 mg de nickel (Ni).

3.14 Nickel, solution étalon à 0,005 g/l.

Prélever 50,0 ml de la solution étalon de nickel (3.13), les placer dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 0,005 mg de nickel (Ni).

Préparer cette solution étalon au moment de l'emploi.

3.15 Bleu de bromothymol, solution éthanolique à 1 g/l.

Dissoudre 0,1 g de bleu de bromothymol dans 5 ml d'éthanol à 95 % (V/V), compléter le volume à 100 ml avec de l'eau et homogénéiser.

4 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et

4.1 Spectrophotomètre, ou

4.2 Électrophotomètre.

5 ÉCHANTILLONNAGE

5.1 Échantillon pour laboratoire¹⁾

5.2 Échantillon pour essai

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

6 MODE OPÉRATOIRE

6.1 Prise d'essai

Peser, à 0,001 g près, 1 g environ 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 l'analyse.

6.3 Établissement de la courbe d'étalonnage

6.3.1 Préparation des solutions témoins, se rapportant à des mesurages photométriques effectués avec un parcours optique de 2 cm

Dans une série de sept fioles jaugées de 50 ml de capacité, introduire les volumes de la solution étalon de nickel (3.14) indiqués dans le tableau 1.

TABLEAU 1

Volume de la solution étalon de nickel (3.14) ml	Masse correspondante de nickel (Ni) mg
0 *	0
1,0	0,005
2,0	0,010
5,0	0,025
10,0	0,050
15,0	0,075
20,0	0,100

* Solution de compensation.

Ajouter ensuite, dans chaque fiole jaugée, 20 ml de la solution d'acide chlorhydrique (3.10) et la quantité d'eau nécessaire pour atteindre 40 ml environ.

6.3.2 Réaction colorée

Ajouter 1 ml d'eau de brome (3.11) et attendre au moins 15 min. Ajouter lentement, et en agitant, la solution d'ammoniaque (3.6) jusqu'à la disparition de la coloration et en ajouter ensuite un excès de 2 ml.

Refroidir la solution à une température inférieure à 30 °C. Ajouter enfin 2 ml de la solution de diméthylglyoxime (3.7), compléter au volume et homogénéiser.

1) L'échantillonnage à partir des lots de fourniture fera l'objet d'une Norme internationale ultérieure.

6.3.3 Mesures photométriques

Mesurer l'absorbance de chaque solution après 10 min, sans toutefois dépasser 30 min, en utilisant le spectrophotomètre (4.1) au maximum de la courbe d'absorption (longueur d'onde aux environs de 445 nm) ou l'électrophotomètre (4.2) muni de filtres appropriés, après avoir ajusté l'appareil au zéro d'absorbance par rapport à la solution de compensation.

6.3.4 Tracé de la courbe

Tracer un graphique, en portant, par exemple, sur l'axe des abscisses les valeurs, exprimées en milligrammes, des quantités de nickel (Ni) contenues dans 50 ml de solution étalon et sur l'axe des ordonnées les valeurs correspondantes de l'absorbance.

6.4 Dosage

6.4.1 Préparation de la solution d'essai

Introduire la prise d'essai (6.1) dans un bécher de capacité convenable (250 ml, par exemple), le couvrir avec un verre de montre. Ajouter 25 ml d'eau et, par petites fractions, 7,5 ml de la solution d'acide chlorhydrique (3.1) et 2 ml de la solution d'acide nitrique (3.2). Une fois la réaction terminée, porter à l'ébullition et faire bouillir durant 2 ou 3 min. Filtrer si nécessaire. Laisser refroidir à la température ambiante. En fonction de la teneur présumée en nickel, opérer sur la totalité de la solution d'essai ou, après avoir amené le volume de cette solution à 100 ml, opérer sur la partie aliquote indiquée dans le tableau 2.

TABLEAU 2

Teneur présumée en nickel	Volume de la solution d'essai	Volume de la partie aliquote de la solution d'essai pour la réaction colorée	Quantité de nickel présent
% (m/m)	ml	ml	mg
de 0,000 5 à 0,01	—	totalité	de 0,005 à 0,10
de 0,01 à 0,02	100	50,0	de 0,05 à 0,10
de 0,02 à 0,05	100	20,0	de 0,04 à 0,10

Introduire la partie aliquote de la solution d'essai dans un bécher de capacité convenable (250 ml, par exemple). Dans tous les cas, amener le volume de la solution à 40 ml environ, par évaporation ou par dilution. Ajouter 5 ml de la solution de chlorure d'hydroxylammonium (3.3), 20 ml de la solution d'acide citrique (3.4), 10 ml de la solution de thiourée (3.5) et 3 à 5 gouttes de la solution de bleu de bromothymol (3.15). Ajouter lentement la solution d'ammoniaque (3.6) jusqu'au virage au bleu de l'indicateur et en ajouter un excès de 0,5 ml. Ajouter 5 ml de la solution de

diméthylglyoxime (3.7) et transvaser quantitativement la solution dans une ampoule à décanter de capacité convenable (200 ml, par exemple). Refroidir la solution avant l'extraction.

6.4.2 Extraction du complexe nickel-diméthylglyoxime

Ajouter dans l'ampoule à décanter 10 ml du chloroforme (3.8) et agiter avec précaution durant 1 min. Laisser décanter, soutirer la phase organique et la recueillir dans une autre ampoule à décanter de capacité convenable (100 ml, par exemple). Ajouter dans l'ampoule qui contient la phase aqueuse 1 ou 2 ml du chloroforme (3.8) et, sans agiter, les soutirer et les ajouter dans l'ampoule qui contient la phase organique. Ajouter de nouveau à la phase aqueuse 5 ml du chloroforme (3.8), agiter durant 30 s, laisser décanter, soutirer la phase organique et la recueillir dans la même ampoule à décanter qui contient déjà la phase organique, en procédant comme déjà indiqué. Rejeter la phase aqueuse. Ajouter à la phase organique 20 ml de la solution d'ammoniaque (3.9) et agiter durant 30 s. Laisser décanter, soutirer la phase organique et la placer dans une troisième ampoule à décanter de capacité convenable (100 ml, par exemple), en lavant avec 1 ou 2 ml du chloroforme (3.8). Ajouter dans l'ampoule qui contient la phase aqueuse 5 ml du chloroforme (3.8) et agiter durant 30 s. Laisser décanter, soutirer la phase organique et l'ajouter à celle contenue dans la troisième ampoule. Rejeter la phase aqueuse.

6.4.3 Passage en solution aqueuse du nickel du complexe

Ajouter dans l'ampoule à décanter contenant la phase organique 10 ml de la solution d'acide chlorhydrique (3.10) et agiter, avec précaution, durant 1 min; laisser décanter, soutirer la phase organique et la recueillir dans une autre ampoule à décanter de capacité convenable (100 ml, par exemple). Ajouter dans l'ampoule qui contient la phase aqueuse 1 ou 2 ml du chloroforme (3.8) et, sans agiter, les soutirer et les ajouter dans l'ampoule qui contient la phase organique. Répéter encore une fois le traitement de la phase organique avec 10 ml de la solution d'acide chlorhydrique (3.10) en recueillant toujours la phase aqueuse dans la même ampoule à décanter. Rejeter la phase organique.

Ajouter à la phase aqueuse 5 ml du chloroforme (3.8) et agiter durant 30 s. Laisser décanter, soutirer avec soin la phase organique et la rejeter. Poursuivre selon le mode opératoire décrit en 6.3.2.

6.4.4 Mesures photométriques

Mesurer l'absorbance de chaque solution après 10 min sans toutefois dépasser 30 min, en utilisant le spectrophotomètre (4.1) au maximum de la courbe d'absorption (longueur d'onde aux environs de 445 nm) ou l'électrophotomètre (4.2) muni de filtres appropriés, après avoir ajusté l'appareil au zéro d'absorbance par rapport à la solution de compensation.

7 EXPRESSION DES RÉSULTATS

Au moyen de la courbe d'étalonnage (voir 6.3.4), déterminer la quantité de nickel correspondant à la valeur de la mesure photométrique. La teneur en nickel (Ni) est donnée, en pourcentage en masse, par la formule

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

où

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai.

m_1 est la masse, en milligrammes, de nickel trouvée dans la solution d'essai ou dans la partie aliquote de la solution d'essai;

m_2 est la masse, en milligrammes, de nickel trouvée dans la solution correspondante de l'essai à blanc ou dans la partie aliquote de la solution de l'essai à blanc;

D 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 :

- a) référence de la méthode employée;
- 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 toutes opérations facultatives.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4058:1977

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/96df2c5c-c323-4b30-98c7-5051f17c1e7f/iso-4058-1977>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4058:1977

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/96df2c5c-c323-4b30-98c7-5051f17c1e7f/iso-4058-1977>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4058:1977

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/96df2c5c-c323-4b30-98c7-5051f17c1e7f/iso-4058-1977>