
Norme internationale



4194

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

Alliages de magnésium — Dosage du zinc — Méthode par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme

Magnesium alloys — Determination of zinc content — Flame atomic absorption spectrometric method

Première édition — 1981-12-01

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 4194:1981](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c890fa65-eccf-4121-8ed6-36232e60391f/iso-4194-1981>

CDU 669.721.5 : 543.422 : 546.47

Réf. n° : ISO 4194-1981 (F)

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

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 4194 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 79, *Métaux légers et leurs alliages*, et a été soumise aux comités membres en décembre 1980.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée : [ISO 4194:1981](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c890fa65-eccf-4121-8ed6-36232e60391f/iso-4194-1981)
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c890fa65-eccf-4121-8ed6-36232e60391f/iso-4194-1981>

| | | |
|-------------------------|-----------------------|-----------------|
| Afrique du Sud, Rép. d' | Égypte, Rép. arabe d' | Roumanie |
| Allemagne, R. F. | Espagne | Royaume-Uni |
| Australie | France | Suède |
| Autriche | Hongrie | Suisse |
| Brésil | Inde | Tchécoslovaquie |
| Canada | Italie | URSS |
| Chine | Japon | USA |
| Corée, Rép. de | Pologne | |

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

Pays-Bas

Alliages de magnésium — Dosage du zinc — Méthode par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme, pour le dosage du zinc dans les alliages de magnésium.

La méthode est applicable aux produits dont la teneur en zinc (Zn) est comprise entre 0,1 et 6 % (*m/m*).

2 Principe

Mise en solution d'une prise d'essai dans une solution d'acide chlorhydrique, en présence de peroxyde d'hydrogène et d'acide fluorhydrique. Nébulisation de cette solution au sein d'une flamme air-acétylène et comparaison de l'absorbance de l'énergie de résonance du zinc par la solution d'essai (longueur d'onde 213,9 nm en général) avec celles des solutions étalons.

3 Réactifs

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau distillée ou déionisée.

3.1 Magnésium, extra-pur (pureté 99,99 %) exempt de zinc.

3.2 Acide chlorhydrique, ρ 1,19 g/ml environ, solution à 38 % (*m/m*) ou solution à environ 12 mol/l.

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

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

3.5 Magnésium, solution à 1 g/l.

Peser, à 0,001 g près, 1 g de magnésium extra-pur (3.1), l'introduire dans un bécher de 250 ml et couvrir d'un verre de montre. Ajouter 50 ml d'eau et, par petites fractions, 20 ml de la solution d'acide chlorhydrique (3.2). Si nécessaire, chauffer modérément pour faciliter la dissolution. Ajouter 5 gouttes de la solution de peroxyde d'hydrogène (3.3) et faire bouillir durant 5 min. Après refroidissement, transvaser quantitativement la solution ainsi obtenue dans une fiole jaugée de 1 000 ml; compléter au volume et homogénéiser.

3.6 Zinc, solution étalon correspondant à 1 g de Zn par litre.

Préparer cette solution par l'un des procédés suivants :

3.6.1 Peser, à 0,1 mg près, 1 g de zinc extra-pur (pureté $\geq 99,99$ %), l'introduire dans un bécher de 400 ml et couvrir d'un verre de montre. Ajouter par petites fractions, 25 ml de la solution d'acide chlorhydrique (3.2) et si nécessaire, chauffer modérément pour faciliter la dissolution. Après refroidissement, transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 1 000 ml; compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution contient 1 mg de zinc.

3.6.2 Peser, à 0,1 mg près, 1,26 g d'oxyde de zinc (ZnO), préalablement calcinés à 1 000 °C pendant 1 h et refroidis au dessiccateur. Les placer dans un bécher de 400 ml et les dissoudre dans 25 ml de la solution d'acide chlorhydrique (3.2). Diluer la solution et la transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 1 000 ml; compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution contient 1 mg de zinc.

3.7 Zinc, solution étalon correspondant à 0,050 g de Zn par litre.

Transvaser 50,0 ml de la solution étalon de zinc (3.6) dans une fiole jaugée de 1 000 ml; compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution contient 0,05 mg de zinc.

3.8 Zinc, solution étalon correspondant à 0,020 g de Zn par litre.

Transvaser 20,0 ml de la solution étalon de zinc (3.6) dans une fiole jaugée de 1 000 ml; compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution contient 0,020 mg de zinc.

4 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

4.1 Burette, graduée en 0,05 ml.

4.2 Spectromètre d'absorption atomique, muni d'un brûleur alimenté en air comprimé et acétylène.

4.3 Air comprimé (installation de laboratoire ou bouteilles).

4.4 Acétylène, en bouteilles.

4.5 Lampe à cathode creuse au zinc.

5 Échantillonnage

5.1 Échantillon pour laboratoire¹⁾

5.2 Échantillon pour essai

Utiliser des copeaux d'épaisseur inférieure ou égale à 1 mm, obtenus par fraisage ou perçage.

6 Mode opératoire

6.1 Prise d'essai

Peser, à 0,001 g près, 1 g de l'échantillon pour essai (5.2).

6.2 Préparation de la courbe d'étalonnage

6.2.1 Préparation des solutions étalons

6.2.1.1 Teneurs en zinc comprises entre 0,1 et 1,0 % (m/m)

Dans une série de sept fioles jaugées de 100 ml, introduire les volumes de la solution étalon de zinc (3.8) indiqués dans le tableau 1, à l'aide de la burette (4.1). Ajouter dans chaque fiole, 20 ml de la solution de magnésium (3.5); compléter au volume et homogénéiser.

Tableau 1

| Solution étalon de zinc (3.8) | Masse correspondante de zinc | Teneur en zinc |
|-------------------------------|------------------------------|----------------|
| ml | mg | % (m/m) |
| 0* | 0 | 0 |
| 1,0 | 0,02 | 0,1 |
| 3,0 | 0,06 | 0,3 |
| 5,0 | 0,10 | 0,5 |
| 7,0 | 0,14 | 0,7 |
| 9,0 | 0,18 | 0,9 |
| 10,0 | 0,20 | 1,0 |

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

6.2.1.2 Teneurs en zinc comprises entre 1,0 et 6,0 % (m/m)

Dans une série de sept fioles jaugées de 100 ml, introduire les volumes de la solution étalon de zinc (3.7) indiqués dans le tableau 2, à l'aide de la burette (4.1). Ajouter dans chaque fiole, 5 ml de la solution de magnésium (3.5); compléter au volume et homogénéiser.

Tableau 2

| Solution étalon de zinc (3.7) | Masse correspondante de zinc | Teneur en zinc |
|-------------------------------|------------------------------|----------------|
| ml | mg | % (m/m) |
| 0* | 0 | 0 |
| 1,0 | 0,05 | 1,0 |
| 2,0 | 0,10 | 2,0 |
| 3,0 | 0,15 | 3,0 |
| 4,0 | 0,20 | 4,0 |
| 5,0 | 0,25 | 5,0 |
| 6,0 | 0,30 | 6,0 |

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

6.2.2 Mesures spectrométriques

Mettre le spectromètre (4.2) sous tension, équipé de la lampe à cathode creuse au zinc (4.5) pendant le temps nécessaire à sa stabilisation. Régler la longueur d'onde aux environs de 213,9 nm ainsi que la sensibilité et la fente suivant les caractéristiques de l'appareil. Régler la pression de l'air et de l'acétylène suivant les caractéristiques du pulvérisateur-brûleur de façon à obtenir une flamme oxydante, claire et non lumineuse.

Nébuliser au sein de la flamme les solutions étalons (6.2.1.1 ou 6.2.1.2) et mesurer leurs absorbances. Prendre soin de maintenir constante la quantité des solutions nébulisées dans la flamme par unité de temps, pendant toute la durée de l'exécution de la courbe d'étalonnage.

NOTE - Faire passer de l'eau dans le brûleur après chaque mesurage.

6.2.3 Tracé de la courbe d'étalonnage

Tracer un graphique en portant par exemple sur l'axe des abscisses, les masses, en milligrammes, de zinc contenues dans 100 ml des solutions de référence et sur l'axe des ordonnées, les valeurs correspondantes des absorbances corrigées de l'absorbance obtenue pour l'essai à blanc des réactifs de la courbe d'étalonnage (terme zéro).

6.3 Dosage

6.3.1 Préparation de la solution d'essai

Introduire la prise d'essai (6.1) dans un bécher de 250 ml et couvrir d'un verre de montre. Ajouter environ 50 ml d'eau puis, par petites fractions, 20 ml de la solution d'acide chlorhydrique (3.2), en chauffant modérément si nécessaire pour parfaire la dissolution. Ajouter 5 gouttes de la solution de peroxyde d'hydrogène (3.3). Lorsque l'attaque est terminée, ajouter 2 gouttes de la solution d'acide fluorhydrique (3.4) et porter à ébullition pendant 5 min. Filtrer si nécessaire et transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 100 ml; compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

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

6.3.1.1 Teneurs en zinc comprises entre 0,1 et 1,0 % (*m/m*)

Prélever une partie aliquote de 10,0 ml de la solution d'essai (6.3.1), l'introduire dans une fiole jaugée de 500 ml; compléter au volume et homogénéiser.

Utiliser la courbe d'étalonnage 6.2.1.1 pour cette solution.

6.3.1.2 Teneurs en zinc comprises entre 1,0 et 6,0 % (*m/m*)

Prélever une partie aliquote de 5,0 ml de la solution d'essai (6.3.1), l'introduire dans une fiole jaugée de 1 000 ml; compléter au volume et homogénéiser.

Utiliser la courbe d'étalonnage 6.2.1.2 pour cette solution.

6.3.2 Essai à blanc

Effectuer, parallèlement au dosage, un essai à blanc en utilisant le même mode opératoire et la même quantité de tous les réactifs utilisés pour le dosage en remplaçant la prise d'essai par 0,5 g, pesée à 0,001 g près, de magnésium extra-pur (3.1).

6.3.3 Mesures spectrométriques

Mesurer l'absorbance de la solution d'essai (6.3.1.1 ou 6.3.1.2) et celle de la solution de l'essai à blanc (6.3.2) et celles des solutions de référence (6.2.1.1 ou 6.2.1.2) en suivant le mode opératoire décrit en 6.2.2. Prendre soin d'encadrer les mesurages de l'absorbance de la solution d'essai et ceux de l'essai à blanc respectivement par les mesurages de deux solutions de référence contenant des quantités de zinc aussi proches que possible de celles à doser.

7 Expression des résultats

Au moyen des courbes d'étalonnage, déterminer la quantité de zinc correspondant aux mesures spectrométriques de la solution d'essai et de la solution de l'essai à blanc.

La teneur en zinc, Zn, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule :

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

où

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai dans la solution d'essai;

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

m_2 est la masse, en milligrammes, de zinc trouvé dans la solution d'essai soumise aux lectures spectrométriques;

R est le rapport du volume de la dilution de la prise d'essai au volume des solutions étalons ($R = 50$ pour les solutions d'essai préparées conformément à 6.3.1.1 et $R = 200$ pour les solutions d'essai préparées conformément à 6.3.1.2).

8 Procès-verbal d'essai

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

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

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4194:1981

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c890fa65-eccf-4121-8ed6-36232e60391f/iso-4194-1981>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4194:1981

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c890fa65-eccf-4121-8ed6-36232e60391f/iso-4194-1981>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4194:1981

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c890fa65-eccf-4121-8ed6-36232e60391f/iso-4194-1981>