

NORME INTERNATIONALE **ISO** 2353



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

Magnésium et ses alliages — Dosage du manganèse dans les alliages de magnésium contenant zirconium, terres rares, thorium et argent — Méthode photométrique au periodate

Sample Document

Première édition — 1972-08-01

get full document from standards.iteh.ai

CDU 669.721 : 546.711

Réf. N° : ISO 2353-1972 (F)

Descripteurs : alliage de magnésium, alliage contenant des terres rares, alliage à l'argent, alliage au thorium, alliage au zirconium, analyse chimique, dosage, manganèse, photométrie.

Prix basé sur 3 pages

AVANT-PROPOS

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 2353 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 79, *Métaux légers et leurs alliages*.

Elle fut approuvée en décembre 1971 par les Comités Membres des pays suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	France	Roumanie
Allemagne	Hongrie	Royaume-Uni
Autriche	Inde	Suède
Belgique	Irlande	Suisse
Canada	Israël	Tchécoslovaquie
Egypte, Rép. arabe d'	Italie	Thaïlande
Espagne	Norvège	U.R.S.S.
Finlande	Pays-Bas	U.S.A.

Aucun Comité Membre n'a désapprouvé le document.

Magnésium et ses alliages — Dosage du manganèse dans les alliages de magnésium contenant zirconium, terres rares, thorium et argent — Méthode photométrique au periodate

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie une méthode photométrique de dosage du manganèse dans les alliages de magnésium qui contiennent du zirconium, et/ou des terres rares, et/ou du thorium, et/ou de l'argent.

La méthode est applicable à la détermination des teneurs en manganèse comprises entre 0,002 et 0,2 %.

2 PRINCIPE

2.1 Mise en solution sulfurique, suivie d'une oxydation par l'acide nitrique, en présence d'acide fluoborique.

2.2 Oxydation du manganèse (II) en manganèse (VII), au moyen du periodate de potassium en milieu d'acidité environ 5 N.

2.3 Mesurage photométrique 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 Periodate de potassium (KIO_4).

3.2 Acide sulfurique ($\rho = 1,26 \text{ g/ml}$) solution 9 N environ.

Ajouter, avec précaution, 25 ml d'acide sulfurique ($\rho = 1,84 \text{ g/ml}$), solution 35,6 N environ, à 60 ml d'eau. Après refroidissement, compléter le volume à 100 ml et homogénéiser.

3.3 Acide nitrique ($\rho = 1,40 \text{ g/ml}$), solution 15 N environ.

L'acide doit être exempt de vapeurs nitreuses. Pour éliminer ces vapeurs, faire bouillir pendant quelque temps, ou bien faire passer un courant de dioxyde de carbone.

3.4 Acide fluoborique, solution à 0,4 % (m/m).

Diluer 10 ml d'acide fluoborique à 40 % (m/m) à 1 000 ml, avec de l'eau.

3.5 Eau exempte de matières réductrices.

Porter à ébullition de l'eau acidulée par 10 ml par litre de la solution d'acide sulfurique (3.2); ajouter quelques cristaux de periodate de potassium (3.1) et maintenir l'ébullition pendant 10 min environ.

3.6 Nitrite de sodium, solution à 20 g/l.

Dissoudre 2 g de nitrite de sodium (NaNO_2) dans un peu d'eau et compléter le volume à 100 ml.

3.7 Manganèse, solution étalon à 1 g/l (1 ml contient 1 mg de Mn).

Préparation selon l'une des deux méthodes suivantes.

3.7.1 Dans un bécher de forme haute, de capacité convenable (400 ml, par exemple), dissoudre 2,877 g de permanganate de potassium (KMnO_4) très pur dans 200 ml d'eau environ et ajouter 40 ml de la solution d'acide sulfurique (3.2). Réduire la solution de permanganate au moyen de quelques cristaux de sulfite de sodium ou par du peroxyde d'hydrogène (à 36 % (m/m)). Faire bouillir la solution jusqu'à élimination de l'excès de SO_2 ou de H_2O_2 , refroidir, transvaser quantitativement en fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser.

3.7.2 Dans un bécher de forme haute, de capacité convenable (600 ml, par exemple), dissoudre $1 \pm 0,001 \text{ g}$ de manganèse électrolytique (titre supérieur 99,9 %) avec 40 ml de la solution d'acide sulfurique (3.2) et 80 ml environ d'eau. Faire bouillir la solution pendant quelques minutes. Refroidir, transvaser quantitativement en fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser.

NOTE — Libérer le manganèse électrolytique de l'oxyde superficiel éventuellement présent en introduisant quelques grammes de métal dans un bécher de verre de 250 à 300 ml environ contenant 60 à 80 ml de la solution d'acide sulfurique (3.2) et 100 ml environ d'eau. Agiter et, après quelques minutes, décarter la solution acide et introduire dans le bécher de l'eau bidistillée. Répéter la décantation et le lavage à l'eau bidistillée plusieurs fois; introduire enfin le manganèse métallique dans de l'acétone et agiter. Décarter l'acétone, sécher le métal dans une étuve à air chaud à 100°C pendant environ 2 min et le laisser refroidir dans un dessiccateur.

3.8 Manganèse, solution étalon à 0,1 g/l (1 ml contient 0,1 mg de Mn).