
NORME INTERNATIONALE 2354

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

Alliages de magnésium — Dosage du zirconium insoluble — Méthode photométrique à l'alizarine sulfonate

Magnesium alloys — Determination of insoluble zirconium — Alizarin sulphonate photometric method

Deuxième édition — 1976-04-01

Sample Document

get full document from standards.iteh.ai

CDU 669.721 : 546.831

Réf. n° : ISO 2354-1976 (F)

Descripteurs : alliage de magnésium, alliage de zirconium, analyse chimique, dosage, zirconium, photométrie.

Prix basé sur 4 pages

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.

L'ISO 2354 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 79, *Métaux légers et leurs alliages*. Cette deuxième édition comprend la note ajoutée à la fin du chapitre 1; cette note avait été soumise en novembre 1975, sous forme d'additif, directement au Conseil de l'ISO, conformément au paragraphe 6.12.1 des Directives pour les travaux techniques de l'ISO.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 2354-1972), qui avait été approuvée par les Comités Membres des pays suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	France	Pays-Bas
Allemagne	Inde	Pologne
Autriche	Irlande	Royaume-Uni
Belgique	Israël	Suède
Canada	Italie	Suisse
Égypte, Rép. arabe d'	Japon	Thaïlande
Espagne	Norvège	U.R.S.S.
Finlande	Nouvelle-Zélande	U.S.A.

Aucun Comité Membre n'avait désapprouvé le document.

Alliages de magnésium — Dosage du zirconium insoluble — Méthode photométrique à l'alizarine sulfonate

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie une méthode photométrique à l'alizarine sulfonate pour le dosage du zirconium insoluble, dans les alliages de magnésium contenant du zirconium comme élément d'alliage.

Les terres rares, le thorium et l'argent n'interfèrent pas.

La méthode est applicable aux produits ayant une teneur en zirconium insoluble comprise entre 0,02 et 0,3 % (*m/m*).

NOTE — L'hafnium qui est normalement présent en association avec le zirconium (jusqu'à 1 % de zirconium) sera dosé avec le zirconium.

2 PRINCIPE

Attaque à l'acide chlorhydrique (la normalité de la solution d'acide chlorhydrique, ainsi que la durée de l'attaque, ont été fixées conventionnellement).

Filtration, mise en solution du résidu insoluble par l'acide perchlorique en présence d'acide fluorhydrique et prélèvement d'une partie aliquote.

Formation à chaud du complexe zirconium-alizarine sulfonate, en milieu chlorhydrique 1,5 N.

Mesurage photométrique du complexe coloré à une longueur d'onde aux environs de 525 nm.

3 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.

3.1 Acide chlorhydrique, ρ 1,18 g/ml environ, solution à 37 % (*m/m*) ou 12 N environ.

3.2 Acide fluorhydrique, solution à 40 % (*m/m*) environ.

3.3 Acide perchlorique, ρ 1,54 g/ml environ, solution à 60 % (*m/m*) environ.

3.4 Alizarine sulfonate de sodium, solution à 1,5 g/l.

Dissoudre 1,5 g d'alizarine sulfonate de sodium dans 300 ml environ d'eau chaude, filtrer, refroidir, compléter le volume à 1 000 ml et homogénéiser.

3.5 Chlorure de magnésium, solution à 420 g/l.

Dissoudre 42 g de chlorure de magnésium hexahydraté ($\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) dans de l'eau, compléter le volume à 100 ml et homogénéiser.

Cette solution contient 50 g de magnésium par litre.

3.6 Zirconium, solution étalon à 5 g/l.

Préparer cette solution selon l'une des méthodes suivantes :

3.6.1 Peser, à 0,001 g près, 0,500 g de zirconium pur (titre $\geq 99,9$ %) et l'introduire dans un bécher sec. Ajouter 30 ml de méthanol et, tout en refroidissant, 5 ml de brome. Une fois la réaction terminée, chauffer modérément pour compléter l'attaque. Ajouter 20 ml de l'acide chlorhydrique (3.1), porter à l'ébullition et faire bouillir jusqu'à l'obtention d'une solution incolore, en maintenant le volume de la solution à 50 ml environ par addition d'eau.

Refroidir, transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 100 ml, compléter au volume et homogénéiser.

3.6.2 Dissoudre 1,77 g d'oxychlorure de zirconium octohydraté ($\text{ZrOCl}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$) dans de l'eau, ajouter 10 ml de l'acide chlorhydrique (3.1), filtrer, compléter le volume à 100 ml et homogénéiser.

NOTE — L'oxychlorure de zirconium à utiliser ne doit pas être humide. Toutefois, on ne peut pas prévoir de dessécher le produit en étuve, puisqu'une partie pourrait passer sous une forme qui, tout en étant soluble et dosable par voie gravimétrique (voir «Étalonnage de la solution»), réagisse très lentement avec l'alizarine S.

Étalonnage de la solution 3.6.2. Adopter l'une des méthodes suivantes :

a) **DOSAGE GRAVIMÉTRIQUE À L'ACIDE PHÉNYL-GLYCOLIQUE**

Prélever 10,0 ml de la solution étalon de zirconium (3.6.2) et les introduire dans un bécher de capacité convenable (par exemple 250 ml). Diluer à 40 ml environ et ajouter 30 ml de l'acide chlorhydrique (3.1). Porter à l'ébullition et ajouter 50 ml d'une solution d'acide phénylglycolique à 150 g/l.

Laisser reposer à 80 °C environ durant 20 min. Laisser refroidir, puis filtrer sur un papier filtre à texture moyenne. Laver avec une solution contenant 20 ml de l'acide chlorhydrique (3.1) par litre et 50 g d'acide phénylglycolique par litre. Introduire le filtre dans un