

NORME INTERNATIONALE **ISO** 2637



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

~~Analyse chimique de l'Aluminium et de ses alliages~~ — Dosage
du zinc — Méthode par absorption atomique

Première édition — 1973-09-01

Deviendra ISO 5194 !

STANDARDSISO.COM :: Click to view the full PDF of ISO 2637:1973

CDU 669.71 : 544.62 : 546.47

Réf. N° : ISO 2637-1973 (F)

Descripteurs : aluminium, alliage d'aluminium, analyse chimique, dosage, zinc, méthode par absorption atomique.

Prix basé sur 4 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 2637 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 79, *Métaux légers et leurs alliages*, et soumise aux Comités Membres en février 1972.

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

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

Aucun Comité Membre n'a désapprouvé le document.

Analyse chimique de l'aluminium et de ses alliages — Dosage du zinc — Méthode par absorption atomique

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale fixe une méthode de dosage du zinc dans l'aluminium et ses alliages, par absorption atomique dans la flamme.

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

2 PRINCIPE

Dissolution d'une prise d'essai dans l'acide chlorhydrique. Pulvérisation de la solution au sein d'une flamme acétylène-air. Dosage du zinc par mesure photométrique de l'absorption de la raie 213,8 nm, émise par une lampe à cathode creuse au zinc.

3 RÉACTIFS

Au cours de l'analyse, utiliser seulement de l'eau bidistillée dans un appareil en verre borosilicaté à joints rodés ou de l'eau de pureté équivalente. Éviter l'emploi de verre plombeux.

3.1 Aluminium, extra pur (titre 99,99 %), ne contenant pas de zinc.

Le produit doit être en copeaux obtenus par fraisage ou perçage.

NOTE — Immédiatement avant l'emploi, décaper les copeaux dans un peu d'acide nitrique (ρ 1,40 g/ml environ); solution à 67 % (m/m) environ. Laver à l'eau les copeaux décaper et les sécher ensuite par lavage à l'acétone.

3.2 Acide chlorhydrique (ρ 1,1 g/ml environ); solution à 20,4 % (m/m) environ.

Diluer 500 ml d'acide chlorhydrique (ρ 1,19 g/ml environ) : solution à 38 % (m/m) environ, avec de l'eau, compléter le volume à 1 000 ml, et homogénéiser.

3.3 Peroxyde d'hydrogène (ρ 1,11 g/ml environ); solution à 30 % (m/m) environ.

3.4 Acide sulfurique (ρ 1,48 g/ml environ); solution à 58 % (m/m) environ.

Ajouter, avec précaution, 50 ml d'acide sulfurique (ρ 1,84 g/ml environ), solution à 95 % (m/m) environ, à environ 40 ml d'eau.

Après refroidissement, compléter le volume à 100 ml, et homogénéiser.

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

3.6 Acide nitrique (ρ 1,40 g/ml environ); solution à 67 % (m/m) environ.

3.7 Aluminium, solution acide, à 40 g d'Al par litre (solution de base).

Peser, à 10 mg près, 40,0 g d'aluminium extra pur (3.1), préalablement décaper, et les introduire dans un béccher de capacité convenable (par exemple 2 000 ml). Ajouter, par petites fractions, 100 ml d'acide chlorhydrique (3.2), puis introduire une goutte de mercure métallique pour faciliter l'attaque. Chauffer modérément pour amorcer la réaction puis ajouter encore, par petites fractions, 400 ml d'acide chlorhydrique (3.2). Attendre que la réaction se calme, puis ajouter graduellement 250 ml d'acide chlorhydrique (ρ 1,19 g/ml environ) solution à 38 % (m/m) environ, et chauffer modérément, si nécessaire, pour compléter la réaction. Ajouter ensuite quelques millilitres de la solution de peroxyde d'hydrogène (3.3) et faire bouillir pendant quelques minutes pour éliminer l'excès de peroxyde d'hydrogène.

Laisser refroidir, transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser.

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

Préparer cette solution étalon par l'un des procédés suivants :

3.8.1 Peser, à 0,1 mg près, 1,000 g de zinc extra pur (titre 99,99 %), les placer dans un béccher de capacité convenable (400 ml, par exemple) 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 étalon contient 1 mg de Zn.

3.8.2 Peser, à 0,1 mg près, 1,26 g d'oxyde de zinc (ZnO), préalablement calciné à 1 000 °C durant 1 h et refroidi en dessiccateur. Les placer dans un béccher de capacité convenable (400 ml, par exemple) 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 étalon contient 1 mg de Zn.

3.9 Zinc, solution étalon, à 0,100 g de Zn par litre.

Prélever 100,0 ml de la solution étalon de zinc (3.8), les introduire dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 0,10 mg de Zn.

3.10 Zinc, solution étalon, à 0,010 g de Zn par litre.

Prélever 100,0 ml de la solution étalon de zinc (3.9), les introduire dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 0,010 mg de Zn.

4 APPAREILLAGE

4.1 Matériel usuel de laboratoire.

NOTE — Toute la verrerie, y compris les flacons à réactifs, doit être en verre borosilicaté, en toute autre qualité de verre ne cédant pas de zinc, ou en matière plastique. Ne pas utiliser de bouchons en caoutchouc (chargés au zinc), mais exclusivement des bouchons rodés, ou en matière plastique.

4.2 Burette, graduée au 0,05 ml.

4.3 Spectrophotomètre d'absorption atomique, muni d'un brûleur alimenté par des bouteilles d'acétylène et d'air comprimé.

4.4 Lampe à cathode creuse au zinc.

5 ÉCHANTILLONNAGE

5.1 Échantillon pour laboratoire¹⁾

5.2 Échantillon pour essai

Copeaux d'épaisseur inférieure ou égale à 1 mm, obtenus par fraisage ou perçage.

6 MODE OPÉRATOIRE

6.1 Prise d'essai

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

6.2 Établissement de la courbe d'étalonnage

6.2.1 Préparation des solutions témoin

6.2.1.1 TENEURS EN ZINC COMPRISES ENTRE 0,002 ET 0,05 %

Dans une série de huit fioles jaugées de 100 ml, introduire 25,0 ml de la solution acide d'aluminium (3.7) puis, respectivement, les volumes de la solution étalon de zinc (3.10) ou de la solution étalon de zinc (3.9) indiqués dans le Tableau 1, mesurés avec la burette (4.2).

TABLEAU 1

Volume de solution étalon de zinc (3.10)	Masse de zinc correspondante
ml	mg
0*	0
1,0	0,01
5,0	0,05
10,0	0,10
Volume de solution étalon de zinc (3.9)	
ml	
2,0	0,20
3,0	0,30
4,0	0,40
5,0	0,50

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

Compléter au volume et homogénéiser.

NOTE — Pour des teneurs en zinc comprises entre 0,002 et 0,01 %, il est conseillé de limiter la courbe d'étalonnage aux quatre premières dilutions. Dans ce cas, pour les mesures photométriques, amplifier de façon convenable la réponse de l'appareil.

6.2.1.2 TENEURS EN ZINC COMPRISES ENTRE 0,05 ET 0,2 %

Dans une série de six fioles jaugées de 100 ml, introduire 5,0 ml de la solution acide d'aluminium (3.7) puis, respectivement, les volumes de la solution étalon de zinc (3.9) indiqués dans le Tableau 2, mesurés avec la burette (4.2).

TABLEAU 2

Volume de solution étalon de zinc (3.9)	Masse de zinc correspondante
ml	mg
0*	0
1,0	0,1
2,0	0,2
3,0	0,3
4,0	0,4
5,0	0,5

* Essai à blanc des réactifs.

Compléter au volume et homogénéiser.

1) L'échantillonnage de l'aluminium et de ses alliages sera l'objet d'une Norme Internationale distincte.

6.2.2 Mesurages photométriques

6.2.2.1 RÉGLAGE DE L'APPAREILLAGE ÉQUIPÉ DE LA LAMPE À CATHODE CREUSE AU ZINC (4.4)

Mettre préalablement l'appareil (4.3) sous tension pendant le temps nécessaire à sa stabilisation. Régler la longueur d'onde aux environs de 213,8 nm, ainsi que la sensibilité et la largeur de 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 manière à avoir une flamme oxydante, claire et non lumineuse.

6.2.2.2 MESURAGES PHOTOMÉTRIQUES

Nébuliser, au sein de la flamme, la série des solutions témoins (6.2.1) et mesurer, pour chacune, l'intensité des radiations non absorbées. 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 après chaque mesurage.

6.2.3 Tracé de la courbe

Tracer un graphique sur papier millimétré en portant, par exemple, sur l'axe des abscisses, les valeurs, exprimées en milligrammes, des quantités de zinc contenues dans 100 ml des solutions témoins et sur l'axe des ordonnées, les valeurs correspondantes des intensités mesurées, diminuées de la valeur mesurée pour le terme zéro des solutions témoins (essai à blanc des réactifs de la courbe d'étalonnage).

6.3 Dosage

6.3.1 Préparation de la solution d'essai

Introduire la prise d'essai (6.1) dans un bécher de capacité convenable (400 ml, par exemple), le recouvrir avec un verre de montre et ajouter, par petites fractions, 25 ml de la solution d'acide chlorhydrique (3.2) et, si nécessaire, chauffer modérément pour parfaire la dissolution. Ajouter quelques millilitres de la solution de peroxyde d'hydrogène (3.3), chauffer ensuite pour éliminer l'excès de peroxyde d'hydrogène, et compléter la préparation de la solution d'essai, en filtrant, si nécessaire, d'après 6.3.1.1 ou 6.3.1.2, selon la teneur en zinc à doser.

NOTES

1 Dans le cas de produits difficilement attaquables par l'acide chlorhydrique, ajouter une goutte de mercure métallique.

2 Pour des teneurs en silicium supérieures à 1 %, procéder comme suit :

Placer le filtre contenant la silice dans un creuset en platine et dessécher. Incinérer le filtre, puis calciner à 800 à 1 000 °C environ, pendant 15 min environ. Laisser refroidir et ajouter ensuite dans le creuset, 2 ml de la solution d'acide sulfurique (3.4), 5 ml de la solution d'acide fluorhydrique (3.5) et, goutte à goutte, 1 ml environ d'acide nitrique (3.6). Chauffer modérément, puis, lorsque les acides sont évaporés, calciner à nouveau à 800 à 1 000 °C pendant quelques minutes. Laisser refroidir, ajouter dans le creuset quelques millilitres de la solution d'acide chlorhydrique (3.2) et

chauffer si nécessaire, pour parfaire la dissolution du résidu et filtrer, si nécessaire. Ajouter quantitativement cette solution à la solution d'essai.

6.3.1.1 TENEURS EN ZINC COMPRISES ENTRE 0,002 ET 0,05 %

Transvaser quantitativement la solution d'essai (6.3.1) dans une fiole jaugée de 100 ml. Refroidir, compléter au volume et homogénéiser.

6.3.1.2 TENEURS EN ZINC COMPRISES ENTRE 0,05 ET 0,2 %

Transvaser quantitativement la solution d'essai (6.3.1) dans une fiole jaugée de 500 ml. Refroidir, compléter au volume et homogénéiser.

6.3.2 Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc, parallèlement et suivant le même mode opératoire, en employant les mêmes quantités de tous les réactifs que celles utilisées pour le dosage, et en remplaçant la prise d'essai par 1 g, pesé à 1 mg près, d'aluminium extra pur (3.1).

6.3.3 Mesurages photométriques

Effectuer les mesurages relatifs à la solution d'essai (6.3.1.1 ou 6.3.1.2), à la solution de l'essai à blanc (6.3.2), et aux solutions témoins prévues aux paragraphes 6.2.1.1 ou 6.2.1.2, selon les modalités décrites au paragraphe 6.2.2.2.

Prendre soin d'encadrer les mesurages de la solution d'essai par ceux de deux solutions témoins contenant des quantités de zinc aussi proches que possible de celle à doser.

7 EXPRESSION DES RÉSULTATS

Au moyen de la courbe d'étalonnage appropriée (voir 6.2.3), déterminer les quantités de zinc correspondant aux intensités mesurées pour la solution d'essai (6.3.1.1 ou 6.3.1.2) et pour la solution de l'essai à blanc (6.3.2).

La teneur en zinc (Zn) est donnée, en pourcentage en masse, par la formule suivante :

$$\frac{(m_1 - m_2) \times V}{m_0 \times 10 \times V_1}$$

où

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

m_1 est la masse, en milligrammes, de zinc trouvé dans la solution d'essai;

m_2 est la masse, en milligrammes, de zinc trouvé dans la solution de l'essai à blanc;

V est le volume, en millilitres, de la solution d'essai;

V_1 est le volume en millilitres, des solutions témoins.

8 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

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

a) référence de la méthode utilisée;

b) résultats, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;

c) tous détails particuliers éventuels relevés au cours de l'essai;

d) compte-rendu de toutes opérations non prévues dans la présente Norme Internationale, ou facultatives, qui ont pu avoir une influence sur les résultats.

STANDARDSISO.COM : Click to view the full PDF of ISO 2637:1973