

NORME FRANÇAISE

ANALYSE CHIMIQUE DE L'ALUMINIUM
ET DES ALLIAGES D'ALUMINIUM
DOSAGE DU MERCURENF
A 06-587

Juin 1965

OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présence de faibles quantités de mercure dans certains alliages d'aluminium a pour effet d'améliorer leurs caractéristiques électrochimiques, notamment dans l'eau de mer.

La quantité de mercure introduite doit être connue avec précision, que ce soit pour définir le rapport entre la teneur en mercure et les caractéristiques électrochimiques de l'alliage, pour connaître le rendement de l'opération d'introduction du mercure ou pour contrôler la fabrication des anodes.

D'autre part, le maintien prolongé de l'alliage à l'état fondu peut entraîner des pertes de mercure. Il est donc nécessaire de posséder une méthode de contrôle rapide, pouvant être mise en jeu en cours de fabrication.

La présente norme a pour objet de décrire une méthode de dosage du mercure dans les alliages d'aluminium. Cette méthode est applicable aux teneurs en mercure inférieures à 0,15 %. Une méthode rapide de contrôle électrochimique est, en outre, présentée en annexe.

PRINCIPE

Mise en solution du métal par l'eau régale, sous réfrigérant à reflux, à une température inférieure à 50 °C.

Addition de volumes déterminés d'une solution-tampon acéto-acétique pour amener le pH à une valeur comprise entre 4,0 et 5,0 et d'une solution de sel disodique de l'acide éthylène-diamine tétracétique pour complexer les éléments gênants.

Extraction du mercure sous forme du complexe coloré Hg II-dithizone à l'aide d'une solution de dithizone dans le tétrachlorure de carbone.

Lavage de la phase organique avec une solution ammoniacale pour la débarrasser de l'excès de dithizone.

Spectrophotométrie.

RÉACTIFS

- 1 — Tétrachlorure de carbone.
- 2 — Acide nitrique ($\rho_{20} = 1,33$ g/ml).
- 3 — Acide chlorhydrique ($\rho_{20} = 1,19$ g/ml) dilué au demi.
- 4 — Hydroxyde d'ammonium ($\rho_{20} = 0,925$) dilué au centième.
- 5 — Solution-tampon :

Dissoudre 560 g d'acétate de sodium cristallisé dans environ 500 ml d'eau distillée, transvaser dans une fiole jaugée d'un litre. Ajouter 240 ml d'acide acétique pur cristallisable et compléter à un litre avec de l'eau distillée.

- 6 — Solution de sel disodique de l'acide éthylène-diamine tétracétique à 50 g au litre dans de l'eau distillée.

Homologuée
le 1^{er} juin 1965
J. O. du 2-6-65

7 — Solution de dithizone à 0,010 g environ au litre :

Purifier au préalable la dithizone : pour cela dissoudre 0,05 g de dithizone dans 50 à 75 ml de tétrachlorure de carbone (1). Filtrer sur papier filtre. Agiter la solution avec trois fois 100 ml de solution d'hydroxyde d'ammonium (4). Filtrer sur coton. Acidifier le filtrat par de l'acide chlorhydrique (3). Extraire la dithizone par trois fois 20 ml de tétrachlorure de carbone (1). Laver la phase organique trois fois avec de l'eau distillée, l'introduire dans une fiole jaugée de 200 ml et compléter à ce volume avec du tétrachlorure de carbone (1). Conserver cette solution à l'abri de l'air et de la lumière, si possible à une température voisine de 0 °C.

Au moment de l'emploi, introduire 40 ml de la solution précédente dans une fiole jaugée d'un litre et compléter à ce volume avec du tétrachlorure de carbone (1).

8 — Solution titrée de mercure à 0,005 g au litre :

Dissoudre, à froid, 0,541 g d'oxyde rouge de mercure dans le minimum d'acide nitrique (2). Introduire la solution dans une fiole jaugée d'un litre et compléter à ce volume avec de l'eau distillée.

Diluer au centième la solution précédente (**1 ml contient 0,005 mg de mercure**).

APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire et :

Appareil d'attaque (*) constitué par un ballon, fond rond, col rond, de 500 ml, NF B 35-004, surmonté d'un réfrigérant à boules, NF B 35-019, ayant 300 mm de longueur de manchon ;

Spectrophotomètre : longueur d'onde 490 nm environ.

MODE OPÉRATOIRE

Prise d'essai

Peser, à 0,0005 g près, environ 0,5 g de métal.

Attaque et dosage

Introduire la prise d'essai dans le ballon de 500 ml et mettre en place le réfrigérant à reflux. Plonger le ballon dans une capsule en porcelaine d'un litre environ remplie d'eau froide. Introduire par le haut du réfrigérant 2 ml d'acide nitrique (2), puis, par petites fractions, 20 ml d'acide chlorhydrique (3). Lorsque l'attaque se ralentit, chauffer progressivement l'eau placée sous le ballon **sans dépasser 50 °C**, et maintenir ce chauffage jusqu'à attaque complète du métal et obtention d'une liqueur limpide. Laisser refroidir et rincer le réfrigérant à l'eau distillée.

Transvaser dans une fiole jaugée de 250 ml. Rincer le ballon et compléter à 250 ml avec de l'eau distillée. Agiter. Introduire 10 ml de cette solution dans une ampoule à décantation de 125 ml. Ajouter :

10 ml d'eau distillée,

10 ml de solution-tampon (5),

10 ml de solution de sel disodique de l'acide éthylène-diamine tétracétique (6).

Agiter doucement pour bien mélanger.

Extraire deux fois avec 10 ml et deux fois avec 5 ml de solution de dithizone (7) en agitant chaque fois énergiquement pendant trente secondes et en recueillant, après chaque extraction, la phase organique dans une autre ampoule à décantation de 125 ml. S'assurer qu'à la quatrième extraction la phase organique reste colorée en vert (**).

(*) Le mercure étant volatil, des pertes très appréciables peuvent se produire au cours de l'attaque si les vapeurs ne sont pas recondensées de façon complète : l'appareillage décrit permet d'aboutir à ce résultat.

(**) Au cas où ce résultat ne serait pas atteint (alliage à teneur élevée en mercure) recommencer les quatre extractions en utilisant chaque fois 10 ml de solution de dithizone.