
NORME INTERNATIONALE **ISO** 4295



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

Minerais et concentrés de manganèse — Dosage de l'aluminium — Méthodes photométrique et gravimétrique

Manganese ores and concentrates — Determination of aluminium content — Photometric and gravimetric methods

Première édition — 1979-02-15

CDU 553.32 : 546.621 : 543.21 + 543.4

Réf. n° : ISO 4295-1979 (F)

Descripteurs : minéral de manganèse, analyse chimique, dosage, aluminium, méthode spectrophotométrique, méthode gravimétrique.

Prix basé sur 6 pages

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 4295 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 65, *Minerais de manganèse et de chrome*, et a été soumise aux comités membres en mai 1977.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

| | | |
|-------------------------|---------|-----------------|
| Afrique du Sud, Rép. d' | France | Pologne |
| Allemagne, R. F. | Hongrie | Roumanie |
| Australie | Inde | Tchécoslovaquie |
| Autriche | Iran | Turquie |
| Bulgarie | Italie | U.R.S.S. |
| Égypte, Rép. arabe d' | Japon | Yougoslavie |

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.



NORME INTERNATIONALE ISO 4295-1979 (F)

FICHE D'AMENDEMENT
Publiée 1979-05-01

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

Minerais et concentrés de manganèse — Dosage de l'aluminium — Méthodes photométrique et gravimétrique

MODIFICATION À L'AVANT-PROPOS (*Page de couverture intérieure*)

La phrase suivante est à ajouter à la fin de l'avant-propos :

«Cette Norme internationale annule et remplace la Recommandation ISO/R 318-1963.»

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4295:1979

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/97e42a53-9aaf-4ddd-8aca-3abebd556f/iso-4295-1979>

Minerais et concentrés de manganèse — Dosage de l'aluminium — Méthodes photométrique et gravimétrique

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme internationale spécifie les méthodes suivantes de dosage de l'aluminium dans les minerais et concentrés de manganèse :

- **méthode A** : méthode photométrique, applicable aux produits dont la teneur en aluminium varie de 0,02 à 1,5 % (*m/m*);
- **méthode B** : méthode gravimétrique à l'oxine, applicable aux produits dont la teneur en aluminium est supérieure à 1,5 % (*m/m*).

Elle devra être lue conjointement avec l'ISO 4297.

2 RÉFÉRENCE

ISO 4297, *Minerais et concentrés de manganèse — Méthode d'analyse chimique — Instructions générales.*

3 MÉTHODE A — MÉTHODE PHOTOMÉTRIQUE POUR DES TENEURS EN ALUMINIUM ALLANT DE 0,02 À 1,5 % (*m/m*)

3.1 Principe

Mise en solution d'une prise d'essai par attaque avec les acides chlorhydrique et nitrique, et double évaporation de la solution avec l'acide chlorhydrique jusqu'à siccité. Dissolution du résidu sec dans l'acide chlorhydrique et addition de solution de chlorure d'hydroxylammonium. Séparation du résidu insoluble par filtration, le filtrat étant à conserver comme solution principale.

Calcination du filtre contenant le résidu et attaque par les acides sulfurique et fluorhydrique. Fusion du résidu calciné avec le carbonate de sodium. Dissolution du culot de fusion dans l'acide chlorhydrique et addition à la solution principale.

Mesurage photométrique en présence d'acide ascorbique, de chromazurol-S, d'alcool polyvinylique et de solution tampon.

3.2 Réactions

La méthode est basée sur la réaction entre l'aluminium et le chromazurol-S, en présence d'alcool polyvinylique en solution tampon acétique (pH 6), conduisant à la formation d'un complexe coloré entre l'aluminium et le chromazurol-S dans un rapport moléculaire de 1 : 3. L'influence du fer(III) est éliminée par précipitation par un mélange de borates alcalins, ce qui empêche l'absorption de l'aluminium par les hydroxydes.

3.3 Réactifs

3.3.1 Acétate d'ammonium ($\text{CH}_3\text{COONH}_4$).

3.3.2 Acide borique.

3.3.3 Tétraborate de sodium, anhydre ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$).

3.3.4 Carbonate de sodium, anhydre.

3.3.5 Acétate de sodium trihydraté ($\text{CH}_3\text{COONa}\cdot 3\text{H}_2\text{O}$).

3.3.6 Mélange pour fusion : trois parties du carbonate de sodium (3.3.4) et une partie du tétraborate de sodium (3.3.3).

3.3.7 Solution tampon, pH 6.

Dissoudre 274 g de l'acétate d'ammonium (3.3.1) dans 400 ml d'eau. Dissoudre 109 g de l'acétate de sodium (3.3.5) dans 250 ml d'eau. Réunir les solutions, diluer à 1 000 ml avec de l'eau et homogénéiser.

3.3.8 Chlorure d'hydroxylammonium ($\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$), solution à 100 g/l.

3.3.9 Hydroxyde de potassium, solution à 470 g/l, exempte d'aluminium.

3.3.10 Hydroxyde de potassium, solution à 50 g/l, exempte d'aluminium.

3.3.11 Acide ascorbique ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$), solution à 50 g/l.

Préparer cette solution au moment de l'emploi.

3.3.12 Acide nitrique, ρ 1,40 g/ml.

3.3.13 Acide nitrique, dilué 1 + 1.

3.3.14 Acide chlorhydrique, ρ 1,19 g/ml.

3.3.15 Acide chlorhydrique, dilué 1 + 1.

3.3.16 Acide chlorhydrique, dilué 1 + 50.

3.3.17 Acide sulfurique, dilué 1 + 1.

3.3.18 Acide fluorhydrique, ρ 1,14 g/ml, solution à 40 % (m/m).

3.3.19 Méthanol (CH_3OH).

3.3.20 Alcool polyvinylique $[-\text{CH}_2\text{CH}(\text{OH})\text{CH}_2\text{CH}(\text{OH})-]_n$, solution à 40 g/l.

Dissoudre 4 g d'alcool polyvinylique dans 10 ml du méthanol (3.3.19), ajouter 70 ml d'eau et porter à ébullition; filtrer la solution, refroidir, transvaser dans une fiole jaugée de 100 ml, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

Cette solution devrait rester stable durant plusieurs mois.

3.3.21 Chromazurol-S, solution à 1 g/l.

Dissoudre 1 g de chromazurol-S dans 6 ml de l'acide nitrique (3.3.13), ajouter 500 ml de l'éthanol (3.3.23) et 200 ml d'eau, et homogénéiser. Transvaser la solution dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

Cette solution peut être utilisée pendant 14 jours.

3.3.22 Chlorure de zinc, solution à 104,6 g/l.

Dissoudre 104,6 g de chlorure de zinc dans de l'eau, en ajoutant 10 ml de l'acide chlorhydrique (3.3.14), diluer

à 1 000 ml avec de l'eau et homogénéiser.

3.3.23 Éthanol ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$).

3.3.24 Aluminium, solution étalon à 0,1 g/l.

Peser 0,100 0 g d'aluminium métallique (pureté 99,95 %) dans un bécher de 300 ml et dissoudre dans 25 ml de l'acide chlorhydrique (3.3.15) en chauffant. Évaporer la solution jusqu'à formation de sels humides, puis ajouter 5 ml de l'acide chlorhydrique (3.3.15), laver le bécher avec de l'eau et chauffer la solution jusqu'à dissolution des sels. Refroidir la solution, transvaser dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 0,1 mg d'aluminium.

3.3.25 Aluminium, solution étalon à 0,01 g/l.

Introduire, au moyen d'une pipette, 10 ml de la solution étalon d'aluminium (3.3.24) dans une fiole jaugée de 100 ml, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 0,01 mg d'aluminium.

3.3.26 Fer, solution étalon à 1 g/l.

Placer 1 g de fer métallique (pureté 99,95 %) dans un bécher de 200 ml, ajouter 15 ml de l'acide chlorhydrique (3.3.14) et chauffer la solution jusqu'à dissolution complète du fer. Ajouter ensuite 3 à 5 ml de l'acide nitrique (3.3.12) et faire bouillir jusqu'à disparition des oxydes d'azote. Refroidir la solution, transvaser dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 1 mg de fer.

3.4 Appareillage

3.4.1 Spectrophotomètre, ou photolorimètre.

3.5 Mode opératoire

3.5.1 Mise en solution de la prise d'essai

Peser 1 g de l'échantillon pour essai, placer cette prise d'essai dans un bécher de 100 à 200 ml et dissoudre, en chauffant, dans 10 à 20 ml de l'acide chlorhydrique (3.3.14). Ajouter 1 ml de l'acide nitrique (3.3.12), porter la solution à ébullition et évaporer jusqu'à siccité. Humecter le résidu sec avec 10 ml de l'acide chlorhydrique (3.3.14) et évaporer de nouveau jusqu'à siccité. Répéter l'évaporation avec 10 ml du même acide chlorhydrique. Dissoudre le résidu sec dans 5 à 10 ml de l'acide chlorhydrique (3.3.14), en chauffant durant 3 à 5 min, ajouter 30 à 40 ml d'eau chaude et 1 ml de la solution de chlorure d'hydroxylammonium (3.3.8), et porter à ébullition.

Filtrer le résidu insoluble sur un papier filtre, à texture moyenne, contenant une faible quantité de pulpe de papier, puis laver quatre ou cinq fois avec de l'acide chlorhydrique

(3.3.16) et six à huit fois avec de l'eau chaude. Conserver le filtrat comme solution principale.

3.5.2 Reprise du résidu

Transférer le filtre contenant le résidu dans un creuset en platine, sécher et calciner entre 500 et 600 °C. Refroidir le creuset, humecter le résidu avec 2 ou 3 gouttes d'eau, ajouter 1 ou 2 gouttes de l'acide sulfurique (3.3.17) et 8 à 10 ml de la solution d'acide fluorhydrique (3.3.18), et évaporer jusqu'à cessation du dégagement de fumées d'acide sulfurique. Calciner le résidu entre 400 et 500 °C, refroidir, ajouter 0,5 à 1 g du carbonate de sodium (3.3.4) et fondre durant 15 min à 1 100 °C. S'il y a des difficultés à dissoudre l'échantillon, le fondre à la même température avec 1 g du mélange pour fusion (3.3.6).

Placer le creuset contenant le culot de fusion dans un bécher de 200 ml, et ajouter 10 ml de l'acide chlorhydrique (3.3.15) chaud, 20 ml d'eau et 0,5 ml de la solution de chlorure d'hydroxylammonium (3.3.8). Après dissolution du culot de fusion, retirer le creuset du bécher et le rincer avec de l'eau, en recueillant les eaux de rinçage dans le bécher. Faire bouillir la solution durant 3 à 5 min pour éliminer le dioxyde de carbone et dissoudre l'aluminate. Ajouter la solution ainsi obtenue à la solution principale.

3.5.3 Préparation de la solution en vue de mesurage photométrique

Évaporer la solution jusqu'à 50 à 60 ml, et ajouter 5 ml de la solution de chlorure de zinc (3.3.22) et 1 g de l'acide borique (3.3.2). Porter la solution à ébullition et verser avec soin dans un bécher en silice de 200 ml contenant 30 ml de la solution d'hydroxyde de potassium (3.3.9). Agiter la solution pendant le transvasement de celle-ci puis durant 3 min, au moyen d'un agitateur électromagnétique. Refroidir, transvaser dans une fiole jaugée de 500 ml, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser. Après dépôt du précipité, filtrer immédiatement la solution sur un papier filtre double, à texture moyenne, au-dessus de béchers en silice, en rejetant les premières parties du filtrat.

Selon la teneur présumée en aluminium, utiliser, pour la détermination ultérieure, la solution obtenue ou effectuer la dilution supplémentaire conformément au tableau 1.

Introduire, au moyen d'une pipette, une partie aliquote de 5 ml de la solution dans un bécher de 50 ml contenant 1,5 ml de l'acide chlorhydrique (3.3.15) et 15 ml d'eau. Ajouter ensuite 1 ml de la solution d'acide ascorbique (3.3.11), laisser reposer durant 5 min et ajuster le pH de la solution à 1,5, en ajoutant, goutte à goutte, de la solution d'hydroxyde de potassium (3.3.10) ou de l'acide chlorhydrique (3.3.15), en contrôlant au moyen d'un pH-mètre. Transvaser la solution dans une fiole jaugée de 100 ml, ajouter 10 ml de la solution de chromazurol-S (3.3.21) en agitant, puis ajouter 5 ml de la solution d'alcool polyvinyle (3.3.20) et 20 ml de la solution tampon (3.3.7), compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

3.5.4 Mesure photométrique

Après 30 min, mesurer l'absorbance de la solution en utilisant le spectrophotomètre à 620 nm, dans une cuve de 10 mm, ou le photocolorimètre (3.4.1) à environ 610 nm, dans une cuve de 10 mm, après avoir réglé l'absorbance à zéro par rapport à l'eau.

3.5.5 Essai à blanc

Effectuer l'essai à blanc en suivant tous les stades de l'analyse, en ajoutant de la solution étalon de fer (3.3.26) en quantité correspondant à la teneur en fer de l'échantillon pour essai.

3.5.6 Établissement de la courbe d'étalonnage

Dans une série de sept béchers de 50 ml contenant 5 ml de la solution de l'essai à blanc, 1,5 ml de l'acide chlorhydrique (3.3.15) et 15 ml d'eau, introduire, au moyen d'une burette, 0,0 – 1,0 – 1,5 – 2,0 – 2,5 – 3,0 et 3,5 ml de la solution étalon d'aluminium (3.3.25), correspondant respectivement à 0,0 – 0,010 – 0,015 – 0,020 – 0,025 – 0,030 et 0,035 mg d'aluminium. Ajouter 1 ml de la solution d'acide ascorbique (3.3.11), homogénéiser et laisser reposer durant 5 min. Ajuster ensuite le pH des solutions à 1,5, en ajoutant, goutte à goutte, de la solution d'hydroxyde de potassium (3.3.10) ou de l'acide chlorhydrique (3.3.15), en contrôlant au moyen d'un pH-mètre. Transvaser les solutions dans des fioles jaugées de 100 ml, ajouter 10 ml de la solution de chromazurol-S (3.3.21) en agitant, puis ajouter 5 ml de la solution d'alcool polyvinyle (3.3.20) et 20 ml de la solution tampon (3.3.7), compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

TABLEAU 1

| Teneur présumée en aluminium | Dilution I | Partie aliquote de la solution I | Dilution II | Partie aliquote de la solution II | Masse d'aluminium contenue dans la partie aliquote de la solution |
|------------------------------|------------|----------------------------------|-------------|-----------------------------------|---|
| % (m/m) | ml | ml | ml | ml | mg |
| 0,2 à 0,3 | 500 | 5 | — | — | 0,020 à 0,030 |
| 0,3 à 0,5 | 500 | 100 | 250 | 5 | 0,012 à 0,020 |
| 0,5 à 1,5 | 500 | 50 | 250 | 5 | 0,010 à 0,030 |

Après 30 min, mesurer l'absorbance de chaque solution selon les modalités spécifiées en 3.5.4.

Tracer une courbe d'étalonnage en portant les valeurs de l'absorbance (après déduction de l'absorbance de la solution ne contenant pas d'aluminium) en fonction des teneurs nominales en aluminium des solutions.

3.6 Expression des résultats

3.6.1 Mode de calcul

Convertir la lecture d'absorbance de la solution d'essai en teneur en aluminium au moyen de la courbe d'étalonnage (3.5.6), en déduisant la lecture d'absorbance de la solution de l'essai à blanc.

La teneur en aluminium (Al) est donnée, en pourcentage en masse, par la formule

$$\frac{m_1 \times 100}{m_2 \times 1\,000} \times K$$

$$= \frac{m_1}{m_2 \times 10} \times K$$

où

m_1 est la masse, en milligrammes, d'aluminium contenue dans la partie aliquote de la solution d'essai; déduite de la courbe d'étalonnage;

m_2 est la masse, en grammes, de la prise d'essai correspondant à la partie aliquote de la solution d'essai;

K est le facteur de conversion pour l'expression de la teneur à sec en aluminium.

3.6.2 Tolérances admissibles sur les résultats des dosages en parallèle

TABLEAU 2

| Teneur en aluminium | Tolérance admissible | |
|---------------------|----------------------------|---------------------------|
| | Trois dosages en parallèle | Deux dosages en parallèle |
| % (m/m) | % (m/m) | % (m/m) |
| 0,20 | 0,02 | 0,02 |
| De 0,20 à 0,50 | 0,04 | 0,03 |
| De 0,50 à 1,0 | 0,08 | 0,07 |
| De 1,0 à 1,5 | 0,10 | 0,08 |

4 MÉTHODE B – MÉTHODE GRAVIMÉTRIQUE À L'OXINE POUR DES TENEURS EN ALUMINIUM SUPÉRIEURES À 1,5 % (m/m)

4.1 Principe

Mise en solution d'une prise d'essai par attaque avec l'acide chlorhydrique et évaporation de la solution jusqu'à siccité.

Dissolution du résidu sec dans l'acide chlorhydrique et séparation de la silice par filtration, le filtrat étant à conserver comme solution principale.

Calcination du filtre contenant le résidu et attaque par les acides sulfurique et fluorhydrique. Fusion du résidu calciné avec le carbonate de sodium. Dissolution du culot de fusion dans l'acide chlorhydrique et addition à la solution principale.

Précipitation de l'aluminium avec une solution de monohydrogénophosphate d'ammonium, en milieu acétique, en présence de thiosulfate de sodium. Filtration de la solution et fusion du précipité avec le carbonate de sodium après incinération.

Dissolution du culot de fusion dans l'eau chaude et séparation du résidu insoluble par filtration. Précipitation de l'aluminium dans le filtrat par l'oxy-8 quinoléine, en présence d'acétate d'ammonium. Séparation du précipité par filtration et calcination du résidu jusqu'à masse constante.

4.2 Réactions

La méthode est basée sur la précipitation de l'aluminium sous forme d'oxinate, après sa séparation de la plupart des constituants présents sous forme de phosphate, en milieu acétique, en présence de thiosulfate de sodium.

4.3 Réactifs

4.3.1 Tétraborate de sodium, anhydre ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$).

4.3.2 Carbonate de sodium, anhydre.

4.3.3 Mélange pour fusion: trois parties du carbonate de sodium (4.3.2) et une partie du tétraborate de sodium (4.3.1).

4.3.4 Acide oxalique ($\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$).

4.3.5 Hydroxyde d'ammonium, solution, ρ 0,91 g/ml.

4.3.6 Nitrate d'ammonium, solution à 20 g/l.

Dissoudre 20 g de nitrate d'ammonium dans 1 000 ml d'eau chaude. Ajouter de la solution d'hydroxyde d'ammonium (4.3.5) jusqu'à virage de la coloration de la solution au jaune, en utilisant le rouge de méthyle (4.3.21) comme indicateur.

4.3.7 Acétate d'ammonium ($\text{CH}_3\text{COONH}_4$), solution à 200 g/l.

4.3.8 Monohydrogénophosphate d'ammonium $[(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4]$, solution à 100 g/l.

4.3.9 Acide nitrique, ρ 1,40 g/ml.

4.3.10 Acide chlorhydrique, ρ 1,19 g/ml.

4.3.11 Acide chlorhydrique, dilué 1 + 4.

4.3.12 Acide chlorhydrique, dilué 1 + 50.

4.3.13 Acide sulfurique, dilué 1 + 1.

4.3.14 Acide fluorhydrique, ρ 1,14 g/ml, solution à 40 % (m/m).

4.3.15 Acide acétique, cristallisable, ρ 1,05 g/ml.

4.3.16 Acide acétique, dilué 1 + 1.

4.3.17 Carbonate de sodium, solution à 10 g/l.

4.3.18 Thiosulfate de sodium pentahydraté ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$), solution à 50 g/l.

4.3.19 Oxy-8 quinoléine ($\text{C}_9\text{H}_7\text{ON}$), solution à 50 g/l.

Dissoudre 50 g d'oxy-8 quinoléine dans 100 ml de l'acide acétique (4.3.16), ajouter 900 ml d'eau, chauffer à 60 °C jusqu'à dissolution complète, refroidir et filtrer.

4.3.20 Éthanol ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$).

4.3.21 Rouge de méthyle, solution éthanolique à 1 g/l.

4.4 Mode opératoire

4.4.1 Prise d'essai

Peser 0,5 à 1 g de l'échantillon pour essai dans un bécher de 100 à 200 ml.

4.4.2 Mise en solution de la prise d'essai

Ajouter 10 à 20 ml de l'acide chlorhydrique (4.3.10) dans le bécher contenant la prise d'essai (4.4.1) et chauffer pour dissoudre. Ajouter 1 ml de l'acide nitrique (4.3.9), porter la solution à ébullition et évaporer jusqu'à siccité. Humecter le résidu sec avec 10 ml de l'acide chlorhydrique (4.3.10) et évaporer de nouveau jusqu'à siccité. Répéter l'évaporation avec 10 ml du même acide chlorhydrique. Ajouter 10 à 15 ml de l'acide chlorhydrique (4.3.10) au résidu sec, chauffer durant 3 à 5 min, ajouter 30 à 40 ml d'eau chaude et porter à ébullition.

Filtrer le résidu insoluble sur un papier filtre, à texture moyenne, contenant une faible quantité de pulpe de papier, puis laver trois ou quatre fois avec de l'acide chlorhydrique (4.3.12) chaud et six à huit fois avec de l'eau chaude. Conserver le filtrat comme solution principale.

4.4.3 Reprise du résidu

Transférer le filtre contenant le résidu dans un creuset en platine, sécher et calciner entre 500 et 600 °C. Refroidir le creuset, humecter le résidu avec 2 ou 3 gouttes d'eau, ajouter 2 ou 3 gouttes de l'acide sulfurique (4.3.13) et 8 à 10 ml de la solution d'acide fluorhydrique (4.3.14), et

évaporer jusqu'à siccité. Calciner le résidu entre 400 et 500 °C, refroidir, ajouter 1 g du carbonate de sodium (4.3.2) et fondre durant 15 min à 1 100 °C. S'il y a des difficultés à dissoudre l'échantillon, le fondre à la même température avec 1 g du mélange pour fusion (4.3.3).

Placer le creuset contenant le culot de fusion dans un bécher de 200 ml, ajouter 50 à 60 ml de l'acide chlorhydrique (4.3.11) et chauffer jusqu'à dissolution complète du culot de fusion. Retirer le creuset du bécher et le rincer avec de l'eau, en recueillant les eaux de rinçage dans le bécher. Ajouter la solution ainsi obtenue à la solution principale.

4.4.4 Séparation de l'aluminium des autres éléments présents

Ajouter, à la solution, 20 ml de la solution de monohydrogénophosphate d'ammonium (4.3.8), 4 ou 5 gouttes de l'indicateur au rouge de méthyle (4.3.21) et de la solution d'hydroxyde d'ammonium (4.3.5) jusqu'à virage de la coloration de l'indicateur. À ce stade, un trouble apparaît comme résultat de la précipitation.

Ajouter 4 ml de l'acide chlorhydrique (4.3.10) à la solution, homogénéiser jusqu'à dissolution du précipité et diluer à 300 à 400 ml avec de l'eau tiède. Si la solution est encore trouble, ajouter avec soin de l'acide chlorhydrique (4.3.10), goutte à goutte, en agitant après addition de chaque goutte, jusqu'à dissolution complète du précipité. Ajouter ensuite successivement 60 ml de la solution de thiosulfate de sodium (4.3.18), 25 ml de l'acide acétique (4.3.16) et 15 ml de la solution d'acétate d'ammonium (4.3.7), puis faire bouillir durant 10 à 15 min jusqu'à coagulation du soufre et éclaircissement de la solution. Filtrer le précipité sur un papier pour filtration rapide, contenant une faible quantité de pulpe de papier. Laver le bécher et le filtre six à huit fois avec de la solution de nitrate d'ammonium (4.3.6) chaude.

Transférer le filtre contenant le précipité dans un creuset en platine, sécher et calciner entre 500 et 600 °C.

Après refroidissement, ajouter 3 à 4 g du carbonate de sodium (4.3.2) et fondre entre 950 et 1 000 °C.

Reprendre le culot de fusion par 50 à 60 ml d'eau chaude, laver le creuset avec de l'eau et faire bouillir la solution durant 10 à 15 min. Si la coloration de la solution vire au vert, ajouter 1 à 2 ml de l'éthanol (4.3.20), puis faire de nouveau bouillir jusqu'à décoloration de la solution. Filtrer le précipité, le laver cinq ou six fois avec de la solution de carbonate de sodium (4.3.17) chaude et rejeter.

4.4.5 Précipitation de l'aluminium

Ajouter 4 ou 5 gouttes de l'indicateur au rouge de méthyle (4.3.21) au filtrat, puis ajouter de l'acide chlorhydrique (4.3.11) jusqu'à virage de la coloration de l'indicateur et ajouter 30 ml de la solution d'oxy-8 quinoléine (4.3.19). Ajouter ensuite 50 ml de la solution d'acétate d'ammonium (4.3.7), diluer à 250 ml avec de l'eau, chauffer entre 60 et 70 °C, et laisser reposer durant 1 à 2 h jusqu'à coagulation complète du précipité. Si le précipité d'oxinate d'alu-

minium ne se dépose pas, ajouter plusieurs gouttes de la solution d'hydroxyde d'ammonium (4.3.5).

Filtrer le précipité sur un papier filtre, à texture serrée, contenant une faible quantité de pulpe de papier sans cendres, puis rincer avec de l'eau tiède jusqu'à décoloration des eaux de rinçage.

4.4.6 Calcination du précipité

Transférer le filtre contenant le précipité dans un creuset en platine taré, couvrir avec une couche de l'acide oxalique (4.3.4) pour empêcher l'évaporation de l'oxinate d'aluminium, sécher, incinérer avec soin entre 450 et 500 °C, et calciner entre 1 100 et 1 150 °C jusqu'à masse constante. Laisser refroidir le creuset contenant le précipité calciné dans un dessiccateur et peser.

4.5 Expression des résultats

4.5.1 Mode de calcul

La teneur en aluminium (Al) est donnée, en pourcentage en masse, par la formule

$$\frac{(m_3 - m_4) \times 0,5293 \times 100}{m_5} \times K$$

$$= \frac{(m_3 - m_4) \times 52,93}{m_5} \times K$$

où

m_3 est la masse, en grammes, du précipité d'oxyde d'aluminium;

m_4 est la masse, en grammes, du précipité d'oxyde d'aluminium obtenu dans l'essai à blanc;

m_5 est la masse, en grammes, de la prise d'essai;

0,5293 est le facteur de conversion de l'oxyde d'aluminium en aluminium;

K est le facteur de conversion pour l'expression de la teneur à sec en aluminium.

4.5.2 Tolérances admissibles sur les résultats des dosages en parallèle

TABLEAU 3

| Teneur en aluminium | Tolérance admissible | |
|---------------------|----------------------------|---------------------------|
| | Trois dosages en parallèle | Deux dosages en parallèle |
| % (m/m) | % (m/m) | % (m/m) |
| De 1,5 à 4,0 | 0,15 | 0,13 |