

ISO

ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

RECOMMANDATION ISO R 2069

OXYDE D'ALUMINIUM PRINCIPALEMENT UTILISÉ
POUR LA PRODUCTION DE L'ALUMINIUM
DOSAGE DU CALCIUM
MÉTHODE PAR ABSORPTION ATOMIQUE

1^{ère} ÉDITION

Juillet 1971

REPRODUCTION INTERDITE

Le droit de reproduction des Recommandations ISO et des Normes ISO est la propriété des Comités Membres de l'ISO. En conséquence, dans chaque pays, la reproduction de ces documents ne peut être autorisée que par l'organisation nationale de normalisation de ce pays, membre de l'ISO.

Seules les normes nationales sont valables dans leurs pays respectifs.

Imprimé en Suisse

Ce document est également édité en anglais et en russe. Il peut être obtenu auprès des organisations nationales de normalisation.



HISTORIQUE

La Recommandation ISO/R 2069, *Oxyde d'aluminium principalement utilisé pour la production de l'aluminium - Dosage du calcium - Méthode par absorption atomique*, a été élaborée par le Comité Technique ISO/TC 47, *Chimie*, dont le Secrétariat est assuré par l'Ente Nazionale Italiano di Unificazione (UNI).

Les travaux relatifs à cette question aboutirent à l'adoption du Projet de Recommandation ISO N° 2069, qui fut soumis, en juillet 1970, à l'enquête de tous les Comités Membres de l'ISO. Il fut approuvé, sous réserve de quelques modifications d'ordre rédactionnel, par les Comités Membres suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	Hongrie	R.A.U.
Allemagne	Inde	Royaume-Uni
Autriche	Iran	Suède
Belgique	Israël	Suisse
Corée, Rép. de	Italie	Tchécoslovaquie
Espagne	Pays-Bas	Thaïlande
France	Pologne	U.R.S.S.
Grèce	Portugal	U.S.A.

Un Comité Membre se déclara opposé à l'approbation du Projet :

Nouvelle-Zélande

Ce Projet de Recommandation ISO fut alors soumis par correspondance au Conseil de l'ISO, qui décida de l'accepter comme RECOMMANDATION ISO.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO/R 2069:1971

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a0bca36b-358e-486c-a064-2cfeac85a8ef/iso-r-2069-1971>

**OXYDE D'ALUMINIUM PRINCIPALEMENT UTILISÉ
POUR LA PRODUCTION DE L'ALUMINIUM
DOSAGE DU CALCIUM
MÉTHODE PAR ABSORPTION ATOMIQUE**

1. OBJET

La présente Recommandation ISO décrit une méthode par absorption atomique, pour le dosage du calcium dans l'oxyde d'aluminium principalement utilisé pour la production de l'aluminium.

2. DOMAINE D'APPLICATION

La méthode est applicable aux teneurs en calcium, exprimées en CaO, supérieures à 0,003 %.

3. PRINCIPE

Mise en solution d'une prise d'essai par attaque à l'acide chlorhydrique sous pression.

Adjonction d'ions sodium à la solution, pour stabiliser l'exaltation de l'émission du calcium et d'ions lanthane ou de triéthanolamine, pour accroître la sensibilité.

Pulvérisation de la solution au sein d'une flamme acétylène-protoxyde d'azote, et dosage du calcium par mesure photométrique de l'absorption de la raie 422,7 nm, émise par une lampe à cathode creuse au calcium. Pour le dosage de teneurs en CaO relativement élevées (supérieures à environ 0,03 %) une flamme acétylène-air peut être utilisée.

4. RÉACTIFS

Au cours de l'analyse, n'utiliser que de l'eau bidistillée dans un appareil en verre borosilicaté à joints rodés, ou de l'eau d'une pureté équivalente. Eviter l'emploi de verre plombeux.

4.1 Chlorure de lanthane heptahydraté (LaCl₃ · 7H₂O)

ou, en variante,

Triéthanolamine (CH₂OHCH₂)₃N, ρ 1,130 g/ml environ.

4.2 Oxyde d'aluminium, titre supérieur à 99,95 %, contenant moins de 0,0005 % de CaO.**4.3 Acide chlorhydrique, ρ 1,19 g/ml, solution à 38 % (m/m) environ.****4.4 Aluminium, solution acide (solution de base).**

Décaper dans un peu d'acide nitrique ρ 1,40 g/ml environ (solution à 68 % (m/m) environ), 11 g d'aluminium extra pur (titre 99,999 %) en copeaux obtenus par fraisage ou perçage.

Laver à l'eau les copeaux décapés et les sécher ensuite par lavage à l'acétone. Peser, à 1 mg près, 10,588 g de ces copeaux séchés, les introduire dans un bécher de capacité convenable (500 ml, par exemple) et ajouter 144 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.3). Introduire une goutte de mercure pur pour faciliter l'attaque. Attendre que la réaction se calme, puis porter le bécher sur un bain de sable et maintenir une chaleur douce jusqu'à ce que tout l'aluminium soit passé en solution. Laisser refroidir, transférer quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 500 ml, compléter au volume et homogénéiser.

4.5 Calcium, solution étalon contenant 1,000 g/l de CaO.

Peser à 0,1 mg près, 1,7847 g de carbonate de calcium extra pur, préalablement séché à 250 °C et refroidi dans un dessiccateur. Les placer dans un bécher de capacité convenable (600 ml, par exemple) et les dissoudre avec précaution à l'aide de 10 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.3) et de 15 ml d'eau. Diluer la solution et la transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 1000 ml. Compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 1,000 mg de CaO.

NOTE. — Conserver cette solution dans un flacon en matière plastique.

4.6 *Calcium*, solution étalon contenant 0,100 g/l de CaO.

Prélever 100,0 ml de la solution étalon de calcium (4.5), les placer dans une fiole jaugée de 1000 ml, compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 0,100 mg de CaO.

NOTE. – Conserver cette solution dans un flacon en matière plastique.

4.7 *Calcium*, solution étalon contenant 0,020 g/l de CaO.

Prélever 100,0 ml de la solution étalon de calcium (4.6), les placer dans une fiole jaugée de 500 ml, compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 20 µg de CaO.

NOTE. – Préparer cette solution au moment de l'emploi.

4.8 *Sodium*, solution contenant 8 g/l de Na₂O.

Peser à 0,1 mg près, 3,770 g de chlorure de sodium préalablement séché à 110 °C et refroidi dans un dessiccateur. Les dissoudre dans 200 ml environ d'eau, et transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 250 ml. Compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution contient 8 mg de Na₂O.

NOTE. – Conserver cette solution dans un flacon en matière plastique.

5. APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 *Appareillage* spécifié dans la Recommandation ISO/R 2073, *Oxyde d'aluminium principalement utilisé pour la production de l'aluminium – Mise en solution en vue de l'analyse par attaque à l'acide chlorhydrique sous pression*.

5.2 *Burette*, graduée en 0,05 ml, conforme à la Recommandation ISO/R 385, *Burettes*.

5.3 *Spectrophotomètre* d'absorption atomique, muni d'un brûleur alimenté par bouteilles d'acétylène et de protoxyde d'azote, ou acétylène et air (voir chapitre 3).

5.4 *Lampe à cathode creuse au calcium*.

NOTE. – Toute la verrerie, y compris les flacons à réactifs, doit être en verre borosilicaté ou autre qualité de verre ne cédant pas de calcium; il est possible d'utiliser, en variante, du matériel en matière plastique. Utiliser exclusivement des bouchons rodés ou en matière plastique.

6. MODE OPÉRATOIRE

6.1 **Prise d'essai**

Peser, à 0,001 g près, 2 g de l'échantillon séché à 300 °C, préparé suivant les indications du paragraphe 2.3 de la Recommandation ISO/R 802, *Oxyde d'aluminium principalement utilisé pour la production de l'aluminium – Préparation et conservation des échantillons pour essai*.

6.2 **Etablissement de la courbe d'étalonnage**

Etablir une courbe d'étalonnage chaque fois qu'une série d'échantillons est soumise à l'analyse.

6.2.1 *Préparation des solutions témoins*. Dans une série de six fioles jaugées de 100 ml, introduire 50 ml de la solution acide d'aluminium (4.4), 5 ml de la solution de sodium (4.8), 45,6 g de chlorure de lanthane ou 10 ml de triéthanolamine (4.1), et ensuite respectivement, les volumes de la solution étalon de calcium (4.7) indiqués dans le tableau suivant, mesurés avec la burette (5.2).

Solution étalon de calcium (4.7)	Masse correspondante de CaO
ml	mg
0 *	0
5,0	0,10
12,5	0,25
20,0	0,40
27,5	0,55
35,0	0,70

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

Compléter au volume et homogénéiser.

6.2.2 Mesures photométriques

6.2.2.1 RÉGLAGE DE L'APPAREILLAGE, ÉQUIPÉ DE LA LAMPE À CATHODE CREUSE AU CALCIUM (5.4). Mettre préalablement l'appareil (5.3) sous tension pendant le temps nécessaire à sa stabilisation. Régler la longueur d'onde aux environs de 422,7 nm, ainsi que la sensibilité et la fente, suivant les caractéristiques de l'appareil. Régler la pression de l'acétylène et du protoxyde d'azote suivant les caractéristiques du pulvérisateur brûleur, de manière à obtenir une flamme oxydante, claire et non lumineuse.

6.2.2.2 MESURES PHOTOMÉTRIQUES. Pulvériser au sein de la flamme la série des solutions témoins (6.2.1) et mesurer l'absorbance de chacune d'elles. Avoir soin de maintenir constant le débit de solution pulvérisée 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 d'étalonnage. Tracer un graphique en portant, par exemple, sur l'axe des abscisses, les valeurs exprimées en milligrammes des quantités de CaO contenues dans 100 ml de solution témoin, et sur l'axe des ordonnées, les valeurs correspondantes des absorbances mesurées, diminuées de la valeur mesurée pour le terme zéro des solutions témoins (essai à blanc des réactifs utilisés pour l'établissement de la courbe d'étalonnage).

6.3 Dosage

6.3.1 Préparation de la solution d'essai. Préparer la solution d'essai suivant la méthode décrite dans la Recommandation ISO/R 2073, en recevant la solution d'attaque dans une fiole jaugée de 100 ml. Ajouter à la solution (5 - 2,5x) ml de la solution de sodium (4.8), où x est la teneur en Na₂O, exprimée en pourcentage, de l'échantillon en essai, déterminée suivant la Recommandation ISO/R 1617, *Oxyde d'aluminium principalement utilisé pour la production de l'aluminium – Dosage du sodium – Méthode par spectrophotométrie de flamme (émission)*. Ajouter à la solution 45,6 g de chlorure de lanthane (4.1) ou 10 ml de triéthanolamine, compléter au volume et homogénéiser.

NOTE. – La quantité de la solution de sodium (4.8) ajoutée amène la teneur en Na₂O de l'oxyde d'aluminium en essai à la valeur constante de 2 %.

6.3.2 Essai à blanc. Conduire parallèlement au dosage et suivant le même mode opératoire, un essai à blanc en employant les mêmes quantités de tous les réactifs que celles utilisées pour le dosage, sauf pour la solution de sodium (4.8), dont il faut ajouter 5 ml, et en remplaçant la prise d'essai par 2 g, pesés à 0,001 g près, d'oxyde d'aluminium pur (4.2).

6.3.3 Mesures photométriques. Effectuer les mesures relatives à la solution d'essai (6.3.1), à la solution de l'essai à blanc (6.3.2) et aux solutions témoins (6.2.1), selon les modalités décrites au paragraphe 6.2.2.2. Avoir soin d'encadrer les mesures de la solution d'essai et de l'essai à blanc respectivement entre deux solutions témoins contenant des quantités de CaO aussi proches que possible de celles à doser.

7. EXPRESSION DES RÉSULTATS

Au moyen de la courbe d'étalonnage (voir paragraphe 6.2.3), déterminer les quantités de CaO correspondant aux absorbances mesurées pour la solution d'essai et pour la solution de l'essai à blanc.

La teneur en oxyde de calcium (CaO) est donnée, en pourcentage en masse, par la formule :

$$(m_1 - m_2) \times 50$$

où

m_1 est la masse, en grammes, d'oxyde de calcium trouvé dans la solution d'essai;

m_2 est la masse, en grammes, d'oxyde de calcium trouvé dans la solution de l'essai à blanc.

Exprimer les résultats avec trois décimales.

8. PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

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

- a) la référence de la méthode employée;
- b) les résultats, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;
- c) tous détails particuliers éventuels, relevés au cours de l'essai;
- d) toutes opérations non prévues dans la présente Recommandation ISO ou toutes opérations facultatives.



OXYDE D'ALUMINIUM PRINCIPALEMENT UTILISÉ
POUR LA PRODUCTION DE L'ALUMINIUM
DOSAGE DU CALCIUM
MÉTHODE PAR ABSORPTION ATOMIQUE

1^{ère} Édition – Juillet 1971

ERRATUM

Page 3, Historique

Supprimer «Royaume-Uni» dans la troisième colonne de la liste de Comités Membres ayant approuvé le Projet de Recommandation ISO N° 2069.

Modifier le troisième alinéa comme suit :

«Deux Comités Membres se déclarèrent opposés à l'approbation du Projet :

Nouvelle-Zélande

Royaume-Uni*

* À la suite de modifications subséquentes, le Comité Membre du Royaume-Uni a approuvé le texte final.»
