

# ISO

ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

## 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

1<sup>ère</sup> 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.

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO/R 2073:1971

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fad553e9-64b5-46fd-afa8-fb6acee64761/iso-r-2073-1971>

## HISTORIQUE

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*, 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° 2073 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'	Inde	Royaume-Uni
Allemagne	Iran	Suède
Autriche	Israël	Suisse
Belgique	Italie	Tchécoslovaquie
Corée, Rép. de	Nouvelle-Zélande	Thaïlande
Espagne	Pays-Bas	U.R .S.S.
France	Pologne	U.S.A.
Grèce	Portugal	
Hongrie	R.A.U.	

Aucun Comité Membre ne se déclara opposé à l'approbation du Projet.

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 2073:1971

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fad553e9-64b5-46fd-afa8-fb6acee64761/iso-r-2073-1971>

**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**

**1. OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION**

La présente Recommandation ISO décrit une méthode de mise en solution de l'oxyde d'aluminium principalement utilisé pour la production de l'aluminium, par attaque à l'acide chlorhydrique sous pression dans un tube scellé en verre borosilicaté.

Cette méthode n'est pas applicable à la préparation des solutions d'essai en vue des dosages du silicium, du sodium et du bore, du fait de la possibilité d'extraction de ces éléments du verre.

**2. PRINCIPE**

Attaque de la prise d'essai par l'acide chlorhydrique sous pression, dans un tube scellé en verre borosilicaté chauffé dans une étuve électrique à tirage naturel, réglée à 250 °C.

**3. RÉACTIF**

Au cours de l'analyse, n'utiliser que de l'eau distillée ou de l'eau d'une pureté équivalente.

3.1 *Acide chlorhydrique*,  $\rho$  1,19 g/ml environ, solution à 38 % (m/m) environ.

**4. APPAREILLAGE**

Matériel courant de laboratoire, et

4.1 *Tubes en verre borosilicaté*, à parois épaisses (2,4 mm environ d'épaisseur) et de 16 mm environ de diamètre extérieur.

4.2 *Tige en verre borosilicaté*, environ 4 mm de diamètre.

- 4.3 *Équipement de soufflage du verre*, comprenant :
- brûleur à gaz, alimenté par un mélange gaz combustible-oxygène avec têtes convenables;
  - gaz combustible usuel et oxygène;
  - couteau à verre;
  - lunettes de protection, teintées;
  - soufflerie, avec tube en caoutchouc relié au brûleur à gaz.
- 4.4 *Crayon* à marquer le verre, résistant à la chaleur.
- 4.5 *Porte-tubes*, permettant de maintenir les tubes verticaux, ou, en variante,
- 4.5.1 *Porte-tubes*, permettant de maintenir les tubes inclinés à environ 30°.
- 4.6 *Entonnoir*, de 40 mm de diamètre, à tige courte.
- 4.7 *Étuve électrique*, à tirage naturel, réglable à  $250 \pm 5$  °C, et à  $275 \pm 5$  °C.
- 4.8 *Tubes protecteurs en acier*, de 25 mm environ de diamètre intérieur et 260 ou 310 mm environ de longueur (selon la longueur du tube en verre utilisé), filetés et munis d'embouts fermés vissés à chaque extrémité. Un certain nombre de trous de 6 à 8 mm environ de diamètre doivent être faits au hasard sur la longueur du tube protecteur. Ce tube est nécessaire pour éviter les détériorations de l'intérieur du four et des autres tubes mis à côté, en cas d'éclatement d'un tube d'attaque. Les trous sont nécessaires pour permettre l'évacuation des gaz, en cas de rupture d'un tube d'attaque, et éviter une élévation en pression dans le tube protecteur.

## 5. MODE OPÉRATOIRE

### 5.1 Prise d'essai

Suivant le dosage à exécuter, peser, à 0,001 g près, 1 ou 2 g de l'échantillon séché à 300 °C (voir 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*).

### 5.2 Attaque de la prise d'essai

- 5.2.1 *Préparation des tubes*. Couper le tube (4.1) à la longueur de 250 mm environ pour une prise d'essai de 1 g, ou à la longueur de 300 mm environ pour une prise d'essai de 2 g.

Nettoyer les tubes dans une solution de nettoyage, rincer à l'eau distillée, sécher à 125 °C environ et laisser refroidir.

Fermer à la flamme une des extrémités de chaque tube, en lui donnant une forme hémisphérique. Éviter l'épaississement et l'amincissement du tube et recuire pour éliminer les tensions. Pour ce recuit, utiliser une flamme réductrice (flamme jaune obtenue en diminuant le débit d'oxygène, sans modifier le débit de gaz combustible) jusqu'à ce qu'un revêtement de carbone soit déposé sur le tube, et laisser refroidir. On peut également faire ce recuit, pour un groupe de tubes, en les plaçant dans un four à 550 °C environ et en laissant la température du four descendre lentement jusqu'à 300 °C environ.

Repérer les tubes préparés en les marquant avec le crayon (4.4). Transférer la prise d'essai (5.1) dans le tube en se servant de l'entonnoir (4.6).

Ajouter exactement 7,20 ml de la solution d'acide chlorhydrique (3.1) et 2 ml d'eau pour une prise d'essai de 1 g ou 14,40 ml de la solution d'acide chlorhydrique (3.1), et 4 ml d'eau pour une prise d'essai de 2 g. Préparer deux ou trois tubes dans les mêmes conditions, les sceller comme suit. En utilisant l'équipement de soufflage de verre (4.3), accrocher un bout de tube de verre à l'ouverture du tube, par chauffage simultané des deux parties de verre, jusqu'à ce qu'elles soient molles pour former une soudure. Laisser refroidir juste assez pour obtenir une soudure rigide.

Chauffer le haut du tube en pleine flamme à environ 10 mm de la soudure (en tournant le tube continuellement) jusqu'à ce que les parois soient uniformément molles. Séparer les deux parties dans la flamme en étirant au minimum. Après séparation, chauffer le bout du tube pour éviter une soudure épaisse protubérante. Ne pas surchauffer, afin d'éviter un léger gonflement dû à l'élévation de la pression intérieure.

Recuire la seconde fermeture dans une flamme réductrice, jusqu'à l'obtention d'un dépôt de noir de fumée.

5.2.2 *Dissolution de la prise d'essai.* Agiter les tubes scellés jusqu'à mélange complet de la prise d'essai avec l'acide. Introduire les tubes scellés dans les tubes protecteurs (4.8) et visser les bouchons. Placer les tubes ainsi assemblés, en utilisant le porte-tubes (4.5) ou (4.5.1), dans l'étuve électrique réglée à  $250 \pm 5$  °C (4.7) et les y laisser pendant 16 heures environ.

Après ce temps, laisser l'étuve se refroidir à environ 50 °C, puis retirer avec précaution les tubes et les laisser revenir à la température ambiante.

NOTE. – Le temps d'attaque varie suivant les types d'oxyde d'aluminium et leur degré de calcination.

Pour les oxydes d'aluminium calcinés à très hautes températures, la température d'attaque peut être montée à  $275 \pm 5$  °C mais on doit alors prendre des précautions : l'augmentation de pression résultant de cette élévation de la température d'attaque peut occasionner l'éclatement des tubes.

5.2.3 *Ouverture des tubes.* Une fois les tubes protecteurs revenus à la température ambiante, les ouvrir et retirer les tubes scellés. Essuyer soigneusement le noir de fumée des extrémités, nettoyer avec une solution de nettoyage, rincer à l'eau et sécher.

Tracer un trait à la partie supérieure du tube, au-dessus du niveau du liquide avec le couteau à verre. Mouiller la trace avec de l'eau et toucher avec une tige de verre (4.2) portée au rouge pour casser le tube.

5.2.4 *Récupération de la solution.* Faire passer quantitativement la solution du tube dans un bécher de capacité appropriée (400 ml, par exemple) avec de l'eau chaude et une tige de verre caoutchoutée, si nécessaire, pour détacher tout sel adhérent aux parois. Chauffer la solution modérément, pour parfaire la dissolution des sels, et transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de la capacité spécifiée dans la méthode de dosage de l'impureté.

### 5.3 Essai à blanc

Conduire parallèlement un essai à blanc en utilisant un tube scellé en verre borosilicaté, en présence des mêmes quantités des réactifs que celles employées pour l'essai. Conduire cet essai à blanc en présence ou en l'absence d'oxyde d'aluminium pur, d'après les instructions données dans la méthode de dosage de l'impureté.

NOTE. – L'acide chlorhydrique peut être remplacé par un autre acide convenable. Dans ce cas l'acide sera précisé dans la méthode de dosage de l'élément.

---