
**Analyse chimique des matériaux
réfractaires contenant de l'alumine, de la
zircone et de la silice — Matériaux
réfractaires contenant de 5 % à 45 % de
ZrO₂ (méthode alternative à la méthode
par fluorescence de rayons X) —**

iTeh STANDARD PREVIEW

**Partie 2:
Méthodes d'analyse chimique par voie
humide**

ISO 21079-2:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b35efa0b-3f54-4b78-9ecc-01d3ee37534/iso-21079-2-2008>

*Chemical analysis of refractories containing alumina, zirconia, and
silica — Refractories containing 5 % to 45 % of ZrO₂ (alternative to the
X-ray fluorescence method) —*

Part 2: Wet chemical analysis



PDF – Exonération de responsabilité

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 21079-2:2008](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b35efa0b-3f54-4b78-9ece-0fed3ee57534/iso-21079-2-2008)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b35efa0b-3f54-4b78-9ece-0fed3ee57534/iso-21079-2-2008>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2008

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
1 Domaine d'application.....	1
2 Références normatives	1
3 Dosage de l'oxyde de silicium(IV).....	2
4 Dosage de l'oxyde d'aluminium	4
5 Dosage de l'oxyde de fer(III)	8
6 Dosage de l'oxyde de titane(IV).....	9
7 Dosage de l'oxyde de calcium.....	12
8 Dosage de l'oxyde de magnésium	13
9 Dosage de l'oxyde de sodium par spectrométrie dans la flamme.....	14
10 Dosage de l'oxyde de potassium par spectrométrie dans la flamme	15
11 Dosage de l'oxyde de chrome(III) par la méthode au diphenylcarbazide	16
12 Dosage de l'oxyde de zirconium (y compris l'oxyde de hafnium) par la méthode gravimétrique à l'acide mandélique (acide α-hydroxybenzène acétique)	17
13 Expression des résultats d'essai	18
14 Rapport d'essai	18
Bibliographie	19

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 en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

L'ISO 21079-2 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 33, *Matériaux réfractaires*.

L'ISO 21079 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Analyse chimique des matériaux réfractaires contenant de l'alumine, de la zirconie et de la silice — Matériaux réfractaires contenant de 5 % à 45 % de ZrO₂ (méthode alternative à la méthode par fluorescence de rayons X)*:

- *Partie 1: Appareillage, réactifs et dissolution*
- *Partie 2: Méthodes d'analyse chimique par voie humide*
- *Partie 3: Méthodes par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme (FAAS) et spectrométrie d'émission atomique avec plasma induit par haute fréquence (ICP-AES)*

Analyse chimique des matériaux réfractaires contenant de l'alumine, de la zircone et de la silice — Matériaux réfractaires contenant de 5 % à 45 % de ZrO_2 (méthode alternative à la méthode par fluorescence de rayons X) —

Partie 2: Méthodes d'analyse chimique par voie humide

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 21079 spécifie des méthodes d'analyse chimique des matières premières et des produits réfractaires AZS (alumine, zircone et silice), contenant de 5 % à 45 % de ZrO_2 (zircone), à l'aide des méthodes classiques («par voie humide»).

La présente partie de l'ISO 21079 n'est pas applicable aux matériaux réfractaires à base de MgO .

NOTE L'ISO 21079 fournit des méthodes alternatives à la méthode d'analyse par fluorescence de rayons X, spécifiée dans l'ISO 12677.

2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 10058-2:—¹⁾, *Analyse chimique des produits de magnésie et de dolomie (méthode alternative à la méthode par fluorescence de rayons X) — Partie 2: Méthodes d'analyse chimique par voie humide*

ISO 21079-1:2008, *Analyse chimique des matériaux réfractaires contenant de l'alumine, de la zircone et de la silice — Matériaux réfractaires contenant de 5 % à 45 % de ZrO_2 (méthode alternative à la méthode par fluorescence de rayons X) — Partie 1: Appareillage, réactifs et dissolution*

ISO 21079-3:2008, *Analyse chimique des matériaux réfractaires contenant de l'alumine, de la zircone et de la silice — Matériaux réfractaires contenant de 5 % à 45 % de ZrO_2 (méthode alternative à la méthode par fluorescence de rayons X) — Partie 3: Méthodes par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme (FAAS) et spectrométrie d'émission atomique avec plasma induit par haute fréquence (ICP-AES)*

ISO 21587-2:2007, *Analyse chimique des produits réfractaires d'aluminosilicates (méthode alternative à la méthode par fluorescence de rayons X) — Partie 2: Méthodes d'analyse chimique par voie humide*

ISO 26845:2008, *Analyse chimique des matériaux réfractaires — Exigences générales pour les méthodes d'analyse chimique par voie humide, par spectrométrie d'absorption atomique (AAS) et par spectrométrie d'émission atomique avec plasma induit par haute fréquence (ICP-AES)*

1) À publier.

3 Dosage de l'oxyde de silicium(IV)

3.1 Généralités

Le dosage de l'oxyde de silicium(IV) est effectué en utilisant l'une des méthodes suivantes.

- a) Utilisation combinée de la méthode de déshydratation ou de coagulation et de la méthode au bleu de molybdène. Cette méthode est appliquée à des échantillons contenant plus de 4 %, en fraction massique, d'oxyde de silicium(IV).
- b) Méthode au bleu de molybdène. Cette méthode est appliquée à des échantillons contenant moins de 8 %, en fraction massique, d'oxyde de silicium(IV).

3.2 Utilisation combinée de la méthode de déshydratation ou de coagulation et de la méthode au bleu de molybdène

3.2.1 Principe

Une partie aliquote de la solution mère (S1) ou (S'1) est traitée au molybdate d'ammonium et le silicomolybdate est réduit pour obtenir le bleu de molybdène dont l'absorbance est mesurée.

La somme de la masse de cet oxyde de silicium(IV) résiduel en solution et de la masse d'oxyde de silicium(IV) ($m_1 - m_2$) dérivée des valeurs obtenues en 9.2.2.3 ou en 9.2.3.3 de l'ISO 21079-1:2008 donne la teneur totale en oxyde de silicium(IV).

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

3.2.2 Mode opératoire

Il convient de commencer ce dosage peu de temps après la préparation de la solution mère (S1) ou (S'1), car en cas d'attente prolongée, la silice peut polymériser, ce qui entraîne des résultats faibles.

Dans un bécher en matière plastique de 100 ml, transvaser une partie aliquote de 10,0 ml de la solution mère (S1) ou (S'1) (voir l'Annexe A de l'ISO 21079-1:2008), ajouter 2 ml d'acide fluorhydrique (1 + 9), mélanger à l'aide d'une baguette en matière plastique et laisser reposer 10 min. Ajouter 50 ml de solution d'acide borique, 2 ml de solution de molybdate d'ammonium tout en mélangeant à une température d'environ 25 °C et laisser reposer 10 min. Ajouter 5 ml de solution d'acide L(+)-tartrique, toujours en agitant et, après 1 min, ajouter 2 ml de solution d'acide L(+)-ascorbique. Transvaser la solution dans une fiole jaugée de 100 ml en matière plastique, diluer jusqu'au trait avec de l'eau et laisser reposer 60 min.

Mesurer l'absorbance de la solution par rapport à l'eau dans une cuve de 10 mm à une longueur d'onde de 650 nm.

3.2.3 Traçage de la courbe d'étalonnage

Transvaser des parties aliquotes de 0 ml, 2 ml, 4 ml, 6 ml, 8 ml et 10 ml de la solution étalon diluée d'oxyde de silicium(IV) [de 0 mg à 0,4 mg sous forme d'oxyde de silicium(IV)] dans six béchers de 100 ml en matière plastique et ajouter, à chacun d'eux, 10 ml de solution témoin (B1) ou (B'1) (voir l'Annexe A de l'ISO 21079-1:2008). Traiter ces solutions et mesurer l'absorbance, comme indiqué en 3.2.2, et tracer la courbe des absorbances en fonction des quantités d'oxyde de silicium(IV). Préparer la courbe d'étalonnage en l'ajustant de façon qu'elle passe par le point d'origine.

3.2.4 Calcul

Calculer la teneur en oxyde de silicium(IV), w_{SiO_2} , en fraction massique, exprimée en pourcentage, à l'aide de l'Équation (1), à partir des absorbances obtenues en 3.2.2 et de la courbe d'étalonnage.

$$w_{\text{SiO}_2} = \frac{(m_1 - m_2) + (m_s - m_b) \times \frac{500}{10}}{m} \times 100 \quad (1)$$

où

- m_1 est la masse, en grammes, indiquée en 9.2.2.3 ou en 9.2.3.3 de l'ISO 21079-1:2008;
- m_2 est la masse, en grammes, de la solution témoin préparée conformément à 9.2.2.4 ou à 9.2.3.4 de l'ISO 21079-1:2008;
- m_s est la masse, en grammes, de l'oxyde de silicium(IV) dans la partie aliquote de la solution mère (S1) ou (S'1);
- m_b est la masse, en grammes, de l'oxyde de silicium(IV) dans la partie aliquote de la solution témoin (B1) ou (B'1);
- m est la masse, en grammes, de la prise d'essai comme spécifiée dans l'ISO 21079-1:2008.

3.3 Méthode au bleu de molybdène

3.3.1 Principe

Une partie aliquote de la solution mère (S"1) est traitée avec le molybdate d'ammonium et le silicomolybdate est réduit pour obtenir le bleu de molybdène dont l'absorbance est mesurée.

3.3.2 Mode opératoire

Transvaser un volume spécifié de la solution mère (S"1) (voir l'Annexe A de l'ISO 21079-1:2008) dans deux béchers en matière plastique et ajouter, à chacun d'eux, un volume spécifié de la solution témoin (B"1) (voir l'Annexe A de l'ISO 21079-1:2008). Ajouter 2 ml d'acide fluorhydrique (1 + 9), mélanger à l'aide d'une baguette en matière plastique et laisser reposer 10 min. Ajouter ensuite 50 ml de solution d'acide borique et diluer à environ 80 ml dans de l'eau. Ajouter 5 ml de solution de molybdate d'ammonium tout en mélangeant à une température comprise entre 20 °C et 30 °C et laisser reposer 10 min. Ajouter 20 ml de solution d'acide tartrique en agitant. Après 1 min, ajouter 10 ml de solution d'acide L(+)-ascorbique en agitant. Transvaser chaque solution dans deux fioles jaugées de 200 ml en matière plastique, diluer jusqu'au trait avec de l'eau et mélanger. Laisser reposer 60 min et mesurer l'absorbance des solutions par rapport à l'eau dans une cuve de 10 mm à une longueur d'onde de 650 nm. Déterminer la moyenne des deux mesures pour le calcul de la teneur en silice.

Le volume des parties aliquotes de la solution mère (S"1) et de la solution témoin est indiqué dans le Tableau 1 en fonction de la teneur en oxyde de silicium(IV).

Tableau 1 — Volume aliquote de la solution mère (S"1) et de la solution témoin (B"1)

Fraction massique de SiO ₂ w_{SiO_2} %	Volume de solution mère (S"1) ml	Volume de solution témoin (B"1) ml
$w_{\text{SiO}_2} < 4$	20	0
$4 \leq w_{\text{SiO}_2} \leq 8$	10	10

Lorsque la différence entre les deux mesures d'absorbance est supérieure à 0,005, il est nécessaire de répéter le mode opératoire décrit en 9.2.4.3 de l'ISO 21079-1:2008.

Il convient que le spectrophotomètre indique une valeur inférieure à 0,002 correspondant à la différence entre deux mesures répétées de solutions identiques à un niveau d'absorbance d'environ 1,00.

3.3.3 Essai à blanc

Suivre le mode opératoire décrit en 3.3.2 utilisant la solution témoin (B"1) (voir l'Annexe A de l'ISO 21079-1:2008).

3.3.4 Traçage de la courbe d'étalonnage

Transvaser des parties aliquotes de 0 ml (volume de référence), 2 ml, 4 ml, 6 ml, 8 ml et 10 ml de solution étalon d'oxyde de silicium(IV) dans six béchers de 100 ml en matière plastique et ajouter, à chacun d'eux, 10 ml de solution témoin. Traiter ces solutions comme indiqué en 3.3.2, mesurer l'absorbance par rapport à la solution de référence et tracer la courbe de relation entre l'absorbance et les quantités de silice.

3.3.5 Calcul

Calculer la teneur en oxyde de silicium(IV), w_{SiO_2} , en fraction massique, exprimée en pourcentage, à l'aide de l'Équation (2).

$$w_{\text{SiO}_2} = \frac{m_s - m_b}{m} \times \frac{500}{V} \times 100 \quad (2)$$

où

m_s est la masse, en grammes, de la silice dans la partie aliquote de la solution mère (S"1);

m_b est la masse, en grammes, de la silice dans la partie aliquote de la solution témoin (B"1);

V est le volume, en millilitres, de la partie aliquote prise dans la solution mère (S"1);

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

ISO 21079-2:2008
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b35efa0b-3f54-4b78-9ece-0fed3ee57534/iso-21079-2-2008>

4 Dosage de l'oxyde d'aluminium

4.1 Généralités

Le dosage de l'oxyde d'aluminium est effectué en utilisant l'une des méthodes suivantes.

- Séparation par colonne de résine échangeuse de cations, puis titrage en retour de l'acide trans-1,2-cyclohexanediamine-N,N,N',N'-tétracétique (hydrate) (CyDTA) par le zinc.
- Séparation par le cupferron, puis titrage en retour du CyDTA par le zinc.

4.2 Séparation par colonne de résine échangeuse de cations et titrage en retour du CyDTA par le zinc

4.2.1 Principe

Une partie aliquote de la solution mère (S1), (S'1) ou (S"1) est introduite à l'aide d'une pipette dans une colonne de résine échangeuse de cations, et un cation, tel que l'ion aluminium, est absorbé dans la résine échangeuse d'ions. Une solution contenant 0,8 mol/l d'acide fluorhydrique et 0,65 mol/l d'acide borique est versée dans la colonne, de sorte que le zirconium et le titane s'écoulent hors de la colonne. L'acide fluorhydrique (1 + 200) est versé dans la colonne afin d'éluer l'aluminium. L'éluat est évaporé par ajout d'acide sulfurique. L'acide borique et l'acide fluorhydrique sont retirés puis dissous dans l'acide chlorhydrique. La solution de CyDTA est ajoutée et un composé chélaté de CyDTA et d'aluminium est formé en ajustant le pH avec de l'eau ammoniacale. Le pH est ensuite ajusté par ajout d'hexaméthylènetétramine. La quantité en excès de CyDTA est titrée en retour par la solution étalon de zinc, en utilisant l'orangé de xylénol comme indicateur.

4.2.2 Mode opératoire

4.2.2.1 Verser une partie aliquote de 50 ml de solution mère (voir l'Annexe A de l'ISO 21079-1:2008) dans une colonne de résine échangeuse de cations (voir l'ISO 26845). Verser deux fois 10 ml d'éluant A (voir 5.1.25 de l'ISO 26845:2008) sur la partie interne de la colonne, puis verser encore 60 ml d'éluant A.

Jusqu'à là, l'éluat n'est pas nécessaire.

NOTE D'autres ajouts ne peuvent être effectués tant que la solution précédente n'a pas fini de s'écouler goutte à goutte à l'extrémité de la colonne. Il en est de même pour le mode opératoire suivant.

4.2.2.2 Placer un récipient en platine (par exemple de 150 ml) sous l'extrémité inférieure de la colonne et verser deux fois 10 ml d'éluant B (voir 5.1.26 de l'ISO 26845:2008) sur la partie interne de la colonne. Verser 80 ml d'éluant B dans la colonne pour éluer l'aluminium.

La régénération de la colonne s'effectue comme suit. Placer un bécber de 100 ml en matière plastique sous l'extrémité de la colonne et verser deux fois 10 ml d'acide chlorhydrique (1 + 2) sur la partie interne de la colonne. Verser 100 ml d'acide chlorhydrique (1 + 2) sur la partie interne de la colonne pour éluer le fer, le calcium, le magnésium, etc.

Cette solution peut être utilisée pour le dosage de l'oxyde de calcium si le mode opératoire est suivi en respectant les étapes suivantes. Transvaser la solution dans un récipient en platine de 150 ml et évaporer à sec au bain-marie bouillant sous une hotte. Ajouter 5 ml d'acide chlorhydrique (1 + 2) et 30 ml d'eau, puis placer dans un bain-marie bouillant pour faciliter la dissolution de la substance en fusion. Refroidir et diluer la solution à 100 ml dans une fiole jaugée. Dans le cas de la spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme (FAAS), ajouter 10 ml de solution de lanthane avant de diluer à 100 ml.

4.2.2.3 Verser 70 ml d'eau dans la colonne. Ajouter 50 ml d'acide sulfurique (1 + 1) à l'éluat obtenu en 4.2.2.2, évaporer en chauffant sur une plaque chaude jusqu'à l'apparition de la fumée blanche d'acide sulfurique. Refroidir et laver la partie interne du bécber avec une petite quantité d'eau et chauffer jusqu'à l'apparition de la fumée blanche d'acide sulfurique. Lorsque le volume de la solution est d'environ 2 ml, laisser refroidir et ajouter 10 ml d'acide chlorhydrique (1 + 1). Dissoudre en chauffant et transvaser dans un bécber de 300 ml.

4.2.2.4 Laisser refroidir et ajouter 2 ml de chlorure d'hydroxylammonium en mélangeant. Ajouter un volume connu avec précision de solution étalon de CyDTA à 0,02 mol/l et ajouter goutte à goutte la solution d'ammoniaque (1 + 1) et la solution d'ammoniaque (1 + 9) jusqu'à ce que le pH-mètre indique une valeur de pH comprise entre 2,9 et 3,1. Si l'eau ammoniacale est ajoutée en excès, le pH est ajusté à une valeur inférieure à 3, en ajoutant l'acide chlorhydrique (1 + 1), et, par la suite, l'ajustement est effectué selon le même mode opératoire. Ajouter l'hexaméthylènetétramine jusqu'à ce que le pH-mètre indique une valeur de pH comprise entre 5,5 et 5,8, ajouter 4 ou 5 gouttes de solution d'orangé de xylénol comme indicateur et titrer avec la solution étalon de zinc à 0,02 mol/l. Au voisinage du point de virage, effectuer doucement le titrage tout en mélangeant jusqu'à ce que la couleur commence à virer pour la première fois du jaune à une couleur rougeâtre permanente.

NOTE La relation entre le volume de la partie aliquote de solution étalon de CyDTA à 0,02 mol/l et la teneur en oxyde d'aluminium est indiquée dans le Tableau 2.

Tableau 2 — Volume de solution étalon de CyDTA à 0,02 mol/l

Fraction massique d'oxyde d'aluminium $w_{\text{Al}_2\text{O}_3}$ %	Solution étalon de CyDTA ml
$w_{\text{Al}_2\text{O}_3} < 15$	10
$15 \leq w_{\text{Al}_2\text{O}_3} < 35$	20
$35 \leq w_{\text{Al}_2\text{O}_3} < 55$	30
$55 \leq w_{\text{Al}_2\text{O}_3} < 75$	40
$w_{\text{Al}_2\text{O}_3} \geq 75$	50

4.2.3 Essai à blanc

Prélever une portion aliquote de 200 ml de solution témoin B1, B'1 ou B"1 (voir l'Annexe A de l'ISO 21079-1:2008) et suivre le mode opératoire décrit en 4.2.2.

4.2.4 Calcul

Calculer la teneur en oxyde d'aluminium, $w_{\text{Al}_2\text{O}_3}$, en fraction massique, exprimée en pourcentage, dans l'échantillon à l'aide de l'Équation (3).

$$w_{\text{Al}_2\text{O}_3} = \frac{(V_2 - V_1) \times F \times 0,001\,019\,6}{m} \times \frac{500}{50} \times 100 \quad (3)$$

où

V_1 est le volume, en millilitres, utilisé de la solution étalon de zinc à 0,02 mol/l indiquée en 4.2.2.4;

V_2 est le volume, en millilitres, utilisé de la solution étalon de zinc à 0,02 mol/l indiquée en 4.2.3;

F est le facteur de la solution étalon de zinc à 0,02 mol/l (voir 5.2.17 de l'ISO 21079-1:2008);

0,001 019 6 est l'équivalent en masse d' Al_2O_3 ;

m est la masse, en grammes, de l'échantillon.

4.3 Séparation par le cupferron et titrage en retour du CyDTA par le zinc

4.3.1 Principe

L'acide chlorhydrique est ajouté à une partie aliquote de la solution mère (S1), (S'1) ou (S"1) pour ajuster l'acidité. Le fer, le titane, le manganèse et le zirconium sont séparés de la solution par extraction par solvants avec la solution de cupferron et le précipité est retiré par dissolution dans le chloroforme. La phase organique est rejetée. La solution de CyDTA en excès est ajoutée à la solution aqueuse après ajustement du pH par la solution d'ammoniaque et un composé chélaté de CyDTA et d'aluminium est formé. Le pH est ensuite ajusté en ajoutant la solution tampon d'acétate d'ammonium et un volume équivalent d'éthanol est ajouté à la solution. Le CyDTA en excès est titré en retour par la solution étalon de zinc avec la dithizone comme indicateur et la teneur en oxyde d'aluminium est calculée.

4.3.2 Mode opératoire

Dans un bécher de 500 ml, transvaser une partie aliquote de 200 ml de la solution mère (S1), (S'1) ou (S''1) (voir l'Annexe A de l'ISO 21079-1:2008), ajouter 20 ml d'acide chlorhydrique et refroidir jusqu'à une température inférieure à 5 °C et maintenir à cette température en utilisant de l'eau glacée. Ajouter du papier-filtre pulvérulent (par exemple 0,05 g), puis introduire goutte à goutte 25 ml de solution de cupferron et refroidir jusqu'à une température inférieure à 5 °C tout en mélangeant. Après homogénéisation complète, laisser reposer 5 min. Filtrer la solution avec un papier-filtre moyen dans un bécher (500 ml) et laver 10 fois le précipité à l'acide chlorhydrique (1 + 9) refroidi jusqu'à une température inférieure à 5 °C. Le précipité est utilisé conjointement au papier-filtre pour le dosage de l'oxyde de zirconium (y compris l'oxyde de hafnium).

Il convient de maintenir la température aussi basse que possible.

Évaporer le filtrat et les solutions de lavage à environ 20 ml au bain-marie bouillant, puis couvrir d'un verre de montre, ajouter 10 ml d'acide nitrique et 5 ml d'acide sulfurique (1 + 1), et faire bouillir doucement pendant environ 10 min sur un bain de sable. Retirer le verre de montre, rincer le verre de montre à l'eau et poursuivre soigneusement l'évaporation, puis évaporer jusqu'à l'apparition de la fumée blanche de l'acide sulfurique.

Laisser refroidir, ajouter 10 ml d'acide chlorhydrique (1 + 1) et environ 100 ml d'eau, puis chauffer pour dissoudre les sels. Laisser refroidir et diluer à 250 ml dans une fiole jaugée. Prélever une partie aliquote de 100 ml de la solution et ajouter 2 ml de chlorure d'hydroxylammonium tout en mélangeant. Ajouter un volume connu avec précision de solution étalon de CyDTA à 0,02 mol/l et introduire goutte à goutte la solution d'ammoniaque (1 + 1) et la solution d'ammoniacque (1 + 9) jusqu'à ce que le pH-mètre indique une valeur de pH comprise entre 2,9 et 3,1. Si l'eau ammoniacale est ajoutée en excès, le pH est ajusté à une valeur inférieure à 3 en ajoutant l'acide chlorhydrique (1 + 1) et, par la suite, l'ajustement est effectué selon le même mode opératoire. Ajouter l'hexaméthylènetétramine jusqu'à ce que le pH-mètre indique une valeur de pH comprise entre 5,5 et 5,8, ajouter 4 ou 5 gouttes d'orangé de xylénol comme indicateur et titrer avec la solution étalon de zinc à 0,02 mol/l. Au voisinage du point de virage, le titrage est effectué doucement tout en mélangeant jusqu'à ce que la couleur commence à virer pour la première fois du jaune à une couleur rougeâtre permanente.

ISO 21079-2:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b35efa0b-3f54-4b78-9ece-4a36c7554180-21079-2-2008>

NOTE La relation entre le volume de la partie aliquote de la solution étalon de CyDTA à 0,02 mol/l et la teneur en oxyde d'aluminium est indiquée dans le Tableau 3.

Tableau 3 — Volume de solution étalon de CyDTA à 0,02 mol/l

Fraction massique d'oxyde d'aluminium $w_{\text{Al}_2\text{O}_3}$ %	Solution de CyDTA ml
$w_{\text{Al}_2\text{O}_3} < 20$	20
$20 \leq w_{\text{Al}_2\text{O}_3} < 35$	30
$35 \leq w_{\text{Al}_2\text{O}_3} < 60$	50
$w_{\text{Al}_2\text{O}_3} \geq 60$	70

4.3.3 Essai à blanc

Suivre le mode opératoire décrit en 4.3.2 en utilisant la solution d'essai à blanc (B1), (B'1) ou (B''1) (voir l'Annexe A de l'ISO 21079-1:2008).