

---

# NORME INTERNATIONALE 2069

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

---

## Oxyde d'aluminium principalement utilisé pour la production de l'aluminium — Dosage du calcium — Méthode par absorption atomique dans la flamme

*Aluminium oxide primarily used for the production of aluminium — Determination of calcium content — Flame atomic absorption method*

**(standards.iteh.ai)**

Première édition — 1976-08-01

[ISO 2069:1976](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c1a76606-5369-49fa-ac65-66cb8a6dbbda/iso-2069-1976>

---

CDU 661.862.22 : 546.41 : 543.42

Réf. n° : ISO 2069-1976 (F)

**Descripteurs** : oxyde d'aluminium, analyse chimique, dosage, calcium, méthode par absorption atomique.

## AVANT-PROPOS

L'ISO (Organisation Internationale de Normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (Comités Membres ISO). L'élaboration des Normes Internationales est confiée aux Comités Techniques 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.

Avant 1972, les résultats des travaux des Comités Techniques étaient publiés comme Recommandations ISO; maintenant, ces documents sont en cours de transformation en Normes Internationales. Compte tenu de cette procédure, le Comité Technique ISO/TC 47 a examiné la Recommandation ISO/R 2069 et est d'avis qu'elle peut, du point de vue technique, être transformée en Norme Internationale. La présente Norme Internationale remplace donc la Recommandation ISO/R 2069-1971 à laquelle elle est techniquement identique.

La Recommandation ISO/R 2069 avait été approuvée par les Comités Membres des pays suivants :

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

Aucun Comité Membre n'a désapprouvé la Recommandation.

Le Comité Membre du pays suivant a désapprouvé la transformation de la Recommandation ISO/R 2069 en Norme Internationale :

Royaume-Uni

# Oxyde d'aluminium principalement utilisé pour la production de l'aluminium – Dosage du calcium – Méthode par absorption atomique dans la flamme

## 1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie une méthode par absorption atomique dans la flamme pour le dosage du calcium dans l'oxyde d'aluminium principalement utilisé pour la production de l'aluminium.

La méthode est applicable aux produits dont la teneur en calcium, exprimé en CaO, est égale ou supérieure à 0,003 % (m/m).

## 2 RÉFÉRENCES

ISO 802, *Oxyde d'aluminium principalement utilisé pour la production de l'aluminium – Préparation et conservation des échantillons pour essai.*

ISO 1617, *Oxyde d'aluminium principalement utilisé pour la production de l'aluminium – Dosage du sodium. Méthode par spectrophotométrie de flamme en émission.*

ISO 2073, *Oxyde d'aluminium principalement utilisé pour la production de l'aluminium – Mise en solution en vue de l'analyse – Méthode par attaque à l'acide chlorhydrique sous pression.*

ISO 2927, *Oxyde d'aluminium principalement utilisé pour la production de l'aluminium – Échantillonnage.*

## 3 PRINCIPE

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

Ajout 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-monoxyde de diazote et dosage du calcium par mesurage spectrophotométrique 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 0,03 % (m/m) environ], une flamme acétylène-air peut être utilisée.

## 4 RÉACTIFS

Au cours de l'analyse, n'utiliser que des réactifs de qualité analytique reconnue, et que de l'eau bidistillée dans un

appareil en verre au borosilicate, à joints rodés, ou de l'eau de pureté équivalente. Éviter l'emploi de verre plombé.

**4.1 Chlorure de lanthane heptahydraté** (LaCl<sub>3</sub>·7H<sub>2</sub>O), ou

**4.1.1 Triéthanolamine** [(CH<sub>2</sub>OHCH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>N], ρ 1,130 g/ml environ.

**4.2 Oxyde d'aluminium**, titre supérieur à 99,95 %, contenant moins de 0,000 5 % (m/m) de CaO.

**4.3 Acide chlorhydrique**, ρ 1,19 g/ml environ, 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 0,001 g près, 10,588 g de ces copeaux séchés, les introduire dans un bécher de capacité convenable (par exemple 500 ml) et ajouter 144 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.3). Introduire 1 goutte de mercure extra-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 dissous. Laisser refroidir, transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 500 ml, compléter au volume et homogénéiser.

**4.5 Calcium**, solution étalon correspondant à 1,000 g de CaO par litre.

Peser, à 0,000 1 g près, 1,784 7 g de carbonate de calcium extra-pur, préalablement séché durant 2 h à 250 °C et refroidi en dessiccateur. Les placer dans un bécher de capacité convenable (par exemple 600 ml) 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 1 000 ml. Compléter au volume et homogénéiser.

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

Conserver cette solution dans un flacon en matière exempte de calcium.

**4.6 Calcium**, solution étalon correspondant à 0,100 g de CaO par litre.

Prélever 100,0 ml de la solution étalon de calcium (4.5), les introduire dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser.

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

Conserver cette solution dans un flacon en matière exempte de calcium.

**4.7 Calcium**, solution étalon correspondant à 0,020 g de CaO par litre.

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

1 ml de cette solution étalon contient 0,020 mg de CaO.

Préparer cette solution au moment de l'emploi.

**4.8 Sodium**, solution correspondant à 8 g de Na<sub>2</sub>O par litre.

Peser, à 0,000 1 g près, 3,770 g de chlorure de sodium, préalablement séché durant 2 h à 110 °C et refroidi en 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 Na<sub>2</sub>O.

Conserver cette solution dans un flacon en matière exempte de calcium et de sodium.

## 5 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, en matière exempte de calcium, et

**5.1 Appareillage**, spécifié dans l'ISO 2073.

**5.2 Burette**, graduée en 0,05 ml, conforme à l'ISO/R 385.

**5.3 Spectrophotomètre d'absorption atomique**, muni d'un pulvérisateur-brûleur alimenté par l'acétylène et le monoxyde de diazote ou par l'acétylène et l'air (voir chapitre 3).

**5.4 Lampe à cathode creuse au calcium**.

## 6 MODE OPÉRATOIRE

### 6.1 Prise d'essai

Peser, à 0,001 g près, 2 g de l'échantillon séché à 300 °C (voir ISO 802, 3.3).

### 6.2 Établissement de la courbe d'étalonnage

Établir 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 du chlorure de lanthane (4.1) ou 10 ml de la triéthanolamine (4.1.1), et ensuite 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 spectrophotométriques

##### 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 durant 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 monoxyde de diazote suivant les caractéristiques du pulvérisateur-brûleur.

##### 6.2.2.2 MESURES SPECTROPHOTOMÉTRIQUES

Pulvériser, au sein de la flamme, les différentes solutions témoins (6.2.1) et mesurer l'absorbance de chacune d'elles. Avoir soin de maintenir constant le débit de solution pulvérisée dans la flamme pendant toute la durée de l'exécution de la courbe d'étalonnage.

Faire passer de l'eau après chaque mesurage.

##### 6.2.3 Tracé de la courbe

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 selon la méthode spécifiée dans l'ISO 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  $\text{Na}_2\text{O}$ , exprimée en pourcentage en masse, de l'échantillon pour essai, déterminée selon l'ISO 1617. Ajouter, à la solution, 45,6 g du chlorure de lanthane (4.1) ou 10 ml de la triéthanolamine (4.1.1), compléter au volume et homogénéiser.

NOTE – Le volume de la solution de sodium (4.8) ajouté amène la teneur en  $\text{Na}_2\text{O}$  de l'oxyde d'aluminium en essai à la valeur constante de 2 % ( $m/m$ ).

#### 6.3.2 Essai à blanc

Effectuer, en 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 spectrophotométriques

Effectuer les mesurages spectrophotométriques relatifs 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 spécifiées en 6.2.2.2. Avoir soin d'encadrer les mesures de la solution d'essai et de celle 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 (6.2.3), déterminer les quantités de CaO correspondant aux valeurs des mesures spectrophotométriques de la solution d'essai et de celle de l'essai à blanc.

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

$$\frac{(m_0 - m_1) \times 50}{1\,000} = \frac{m_0 - m_1}{20}$$

où

$m_0$  est la masse, en milligrammes, d'oxyde de calcium trouvée dans la solution d'essai (6.3.1);

$m_1$  est la masse, en milligrammes, d'oxyde de calcium trouvée dans la solution de l'essai à blanc (6.3.2).

Exprimer les résultats avec trois décimales.

### 8 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

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

- référence de la méthode utilisée;
- résultats, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;
- compte rendu de tous détails particuliers éventuels relevés au cours de l'essai;
- compte rendu de toutes opérations non prévues dans la présente Norme Internationale ou dans les Normes Internationales auxquelles il est fait référence, ou de toutes opérations facultatives.

ANNEXE

**PUBLICATIONS ISO RELATIVES À L'OXYDE D'ALUMINIUM  
PRINCIPALEMENT UTILISÉ POUR LA PRODUCTION DE L'ALUMINIUM**

- ISO 802 – Préparation et conservation des échantillons pour essai.
- ISO 803 – Détermination de la perte de masse à 300 °C (humidité conventionnelle).
- ISO 804 – Mise en solution en vue de l'analyse – Méthode par fusion alcaline.
- ISO 805 – Dosage du fer – Méthode photométrique à la phénanthroline-1,10.
- ISO 806 – Détermination de la perte de masse à 1 000 °C et à 1 200 °C.
- ISO 900 – Dosage du titane – Méthode photométrique au diantipyrylméthane.
- ISO 901 – Détermination de la masse volumique – Méthode pycnométrique.
- ISO 902 – Mesurage de l'angle du talus d'éboulement.
- ISO 903 – Détermination de la densité apparente.
- ISO 1232 – Dosage de la silice – Méthode spectrophotométrique au molybdosilicate réduit.
- ISO 1617 – Dosage du sodium – Méthode par spectrophotométrie de flamme en émission.
- ISO 1618 – Dosage du vanadium – Méthode photométrique à la *N*-benzoyl-*N*-phénylhydroxylamine.
- ISO 2069 – Dosage du calcium – Méthode par absorption atomique dans la flamme.
- ISO/R 2070 – Dosage du calcium – Méthode spectrophotométrique à l'acide naphthalhydroxamique.
- ISO 2071 – Dosage du zinc – Méthode par absorption atomique dans la flamme.
- ISO/R 2072 – Dosage du zinc – Méthode photométrique au PAN.
- ISO 2073 – Mise en solution en vue de l'analyse – Méthode par attaque à l'acide chlorhydrique sous pression.
- ISO 2828 – Dosage du fluor – Méthode spectrophotométrique au complexe d'alizarine et chlorure de lanthane.
- ISO 2829 – Dosage du phosphore – Méthode spectrophotométrique au phosphomolybdate réduit.
- ISO 2865 – Dosage du bore – Méthode spectrophotométrique à la curcumine.
- ISO 2926 – Analyse granulométrique – Méthode par tamisage.
- ISO 2927 – Échantillonnage.
- ISO 2961 – Détermination d'un indice d'absorption.
- ISO 3390 – Dosage du manganèse – Méthode par absorption atomique dans la flamme.

Page blanche

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

ISO 2069:1976

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c1a76606-5369-49fa-ae65-66cb8a6dbbda/iso-2069-1976>

Page blanche

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

ISO 2069:1976

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c1a76606-5369-49fa-ae65-66cb8a6dbbda/iso-2069-1976>