
NORME INTERNATIONALE



2367

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

Cryolithe (naturelle et artificielle) – Dosage de l'aluminium – Méthode gravimétrique à l'hydroxy-8 quinoléine

Première édition – 1972-12-15

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 2367:1972](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2fe0c40b-57d6-45db-bb0d-08ba2d0af05f/iso-2367-1972)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2fe0c40b-57d6-45db-bb0d-08ba2d0af05f/iso-2367-1972>

CDU 661.8 : 553.634 : 546.621 : 543.21

Réf. N° : ISO 2367-1972 (F)

Descripteurs : minerai métallifère, minerai d'aluminium, cryolite, analyse chimique, analyse gravimétrique, dosage, aluminium.

Prix basé sur 3 pages

AVANT-PROPOS

ISO (Organisation Internationale de Normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (Comités Membres ISO). L'élaboration de 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.

La Norme Internationale ISO 2367 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 47, *Chimie*.

STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Elle fut approuvée en novembre 1971 par les Comités Membres des pays suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	Hongrie	<u>ISO 2367:1972</u>
Allemagne	Irlande	Royaume-Uni
Autriche	Israël	Suisse
Belgique	Italie	Thaïlande
Canada	Nouvelle-Zélande	Turquie
Egypte, Rép. arabe d'	Pays-Bas	U.R.S.S.
Espagne	Portugal	Yougoslavie
France	Roumanie	

Les Comités Membres des pays suivants ont désapprouvé le document pour des raisons techniques :

Inde
Pologne

Cryolithe (naturelle et artificielle) – Dosage de l'aluminium – Méthode gravimétrique à l'hydroxy-8 quinoléine

1 OBJET

La présente Norme Internationale spécifie une méthode de dosage gravimétrique de l'aluminium dans la cryolithe naturelle et artificielle à l'hydroxy-8 quinoléine.

2 DOMAINE D'APPLICATION

La méthode est applicable au dosage de l'aluminium dans la cryolithe naturelle et artificielle, à condition que la teneur en Fe_2O_3 ne dépasse pas 0,15 %.

NOTE – La méthode est également applicable aux produits naturels et artificiels à rapports molaires Na/AlF_3 compris entre environ 3 et 1,7.

3 RÉFÉRENCE

ISO/R 1619, *Cryolithe (naturelle et artificielle) – Préparation et conservation des échantillons pour essai.*

4 PRINCIPE

Mise en solution d'une prise d'essai par fusion acide au pyrosulfate de potassium et reprise par l'acide chlorhydrique. Séparation des éléments gênants par précipitation de l'aluminium au moyen de benzoate d'ammonium, en milieu acétique réducteur. Dissolution du précipité et reprécipitation de l'aluminium à l'état de tri(quinolinolate-8) d'aluminium en milieu tampon acétique. Filtration, lavage, séchage, du précipité à la température de 130°C , et pesée.

5 RÉACTIFS

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

5.1 Pyrosulfate de potassium ($\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_7$), finement broyé.

5.2 Sulfite de sodium heptahydraté ($\text{Na}_2\text{SO}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$).

5.3 Acide sulfurique ρ 1,84 g/ml, solution à 96 % (m/m) environ.

5.4 Acide chlorhydrique, ρ 1,19 g/ml, solution à 38 % (m/m) environ.

5.5 Ammoniaque, ρ 0,97 g/ml, solution à 6,7 % (m/m) environ.

5.6 Solution tampon réductrice.

Dissoudre dans un peu d'eau 50 g de chlorure d'hydroxylammonium et 50 g de chlorure d'ammonium; ajouter 50 ml d'acide acétique cristallisable, ρ 1,05 g/ml environ, compléter le volume à 1 000 ml et homogénéiser.

5.7 Benzoate d'ammonium, solution à 100 g/l.

Dissoudre 100 g de benzoate d'ammonium dans de l'eau tiède, ajouter 0,001 g de thymol et, après refroidissement, compléter le volume à 1 000 ml et homogénéiser.

5.8 Benzoate d'ammonium, solution acétique de lavage.

Diluer 100 ml de la solution de benzoate d'ammonium (5.7) avec 900 ml d'eau, ajouter 20 ml d'acide acétique cristallisable, ρ 1,05 g/ml environ, et homogénéiser.

5.9 Acide chlorhydrique, ρ 1,05 g/ml environ, solution à 10,5 % (m/m) environ.

5.10 Acide tartrique, solution à 500 g/l.

5.11 Ammoniaque, ρ 0,90 g/ml, solution à 27,8 % (m/m) environ.

5.12 Acide acétique, ρ 1,01 g/ml (1,7 N environ).

Diluer 100 ml d'acide acétique cristallisable, ρ 1,05 g/ml environ, avec de l'eau, compléter le volume à 1 000 ml et homogénéiser.

5.13 Hydroxy-8 quinoléine (quinolinol-8), solution acétique à 20 g/l.

Dissoudre 20 g d'hydroxy-8 quinoléine (quinolinol-8) dans 80 ml d'acide acétique cristallisable, ρ 1,05 g/ml environ, compléter le volume à 1 000 ml et homogénéiser.

Conserver la solution dans une bouteille en verre sombre.

5.14 Acétate d'ammonium, solution à 600 g/l.

5.15 Bleu de bromophénol, solution éthanolique à 2 g/l.

Dissoudre 0,20 g de bleu de bromophénol dans de l'éthanol à 95 % (V/V), et compléter le volume à 100 ml avec le même éthanol et homogénéiser.

5.16 Rouge neutre, solution éthanolique à 0,5 g/l.

Dissoudre 0,05 g de rouge neutre dans de l'éthanol à 95 % (V/V), compléter le volume à 100 ml avec le même éthanol et homogénéiser.

6 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et

6.1 Capsule en platine, diamètre 75 mm environ, hauteur 30 mm environ, munie d'un couvercle en platine.

6.2 Four électrique, réglable à la température de 750 ± 25 °C.

7 MODE OPÉRATOIRE

7.1 Prise d'essai

Peser, à 0,1 mg près, 0,500 g de l'échantillon pour essai séché (voir 2.3 de ISO/R 1619).

7.2 Dosage

7.2.1 Préparation de la solution d'essai.

Peser dans la capsule en platine (6.1), 10 g de pyrosulfate de potassium (5.1). Ajouter la prise d'essai (7.1) et homogénéiser soigneusement avec une spatule en platine. Couvrir la capsule avec son couvercle et l'introduire dans le four électrique (6.2), réglé à la température de 750 ± 25 °C, en prenant la précaution d'isoler la capsule de la sole du four par un support ne risquant pas d'introduire d'impuretés. Maintenir la température de 750 ± 25 °C pendant 30 min. Retirer la capsule du four et la laisser refroidir à l'air. Ajouter dans la capsule 5 ml de la solution d'acide sulfurique (5.3) et chauffer sur chaque plaque chauffante jusqu'à élimination des fumées blanches d'acide sulfurique. Ajouter ensuite dans la capsule 10 ml de la solution d'acide chlorhydrique (5.4). Chauffer à une température voisine de l'ébullition jusqu'à dissolution complète, en ayant soin en même temps de rincer le couvercle et les parois de la capsule à l'eau chaude, en recevant le tout dans la capsule. Laisser refroidir légèrement et transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 250 ml.

Après refroidissement, compléter au volume et homogénéiser.

7.2.2 Séparation de l'aluminium des éléments interférants.

Prélever 50,0 ml de la solution d'essai (7.2.1) et les placer dans un bécher de capacité convenable (250 ml par exemple). Ajouter à la solution 40 ml d'eau, 2 ou 3 gouttes de la solution de bleu de bromophénol (5.15) et neutraliser avec la solution d'ammoniaque (5.5) jusqu'au virage au violet de l'indicateur. Ajouter ensuite 20 ml de la solution tampon (5.6) et 20 ml de la solution de benzoate

d'ammonium (5.7). Chauffer la solution à l'ébullition, en agitant, et maintenir une ébullition modérée pendant 5 min puis filtrer sur filtre à texture moyenne. Laver le bécher et le précipité de huit à dix fois avec la solution de lavage (5.8) bouillante et rejeter le filtrat.

7.2.3 Précipitation du tri(quinolinolate-8) d'aluminium.

Dissoudre le précipité sur le filtre au moyen d'une solution bouillante préparée en mélangeant 50 ml de la solution d'acide chlorhydrique (5.9) et 10 ml de la solution d'acide tartrique (5.10), ajoutée par petites portions. Laver le filtre à l'eau chaude et recueillir la solution et les eaux de lavage dans le bécher employé pour la première précipitation (voir 7.2.2). Transvaser quantitativement la solution dans un bécher de capacité convenable (400 ml, par exemple) et ajouter 1 g de sulfite de sodium (5.2), quelques gouttes de la solution de rouge neutre (5.16) et, lentement et avec précaution, de la solution d'ammoniaque (5.11) jusqu'au virage au jaune de l'indicateur. Diluer la solution à 200 ml environ, puis chauffer à la température d'environ 70 °C. Ajouter de la solution d'acide acétique (5.12) jusqu'au virage au rouge de l'indicateur, puis, en agitant, 40 ml de la solution d'hydroxy-8 quinoléine (5.13) et, enfin, 50 ml de la solution d'acétate d'ammonium (5.14). Laisser déposer le précipité à la température d'environ 70 °C pendant 30 min.

7.2.4 Filtration, lavage, séchage et pesée du tri(quinolinolate-8) d'aluminium.

Filtrer le précipité sur un creuset en verre fritté (porosité comprise entre 3 et 45 µm) préalablement taré après séchage à l'étuve à la température de 130 °C et refroidissement en dessiccateur, en appliquant une faible aspiration. Laver de six à huit fois avec des portions de 10 à 15 ml d'eau tiède (60 à 70 °C). Sécher dans une étuve à circulation d'air pendant 2 h, à 130 °C.

Retirer le creuset de l'étuve, le placer dans un dessiccateur et après refroidissement à la température ambiante, le peser. Contrôler la constance de la masse.

8 EXPRESSION DES RÉSULTATS

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

$$\frac{m_1 \times 0,0587 \times D \times 100}{m_0} = 5,87 \times D \frac{m_1}{m_0}$$

où

D est le rapport entre le volume de la solution d'essai (7.2.1) et la partie aliquote prélevée pour le dosage (7.2.2);

*m*₀ est la masse en grammes, de la prise d'essai (7.1);

*m*₁ est la masse, en grammes, du tri(quinolinolate-8) d'aluminium pesé;

0,0587 est le facteur de transformation du tri(quinolinolate-8) d'aluminium en Al.

9 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

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

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

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 2367:1972](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2fe0c40b-57d6-45db-bb0d-08ba2d0af05f/iso-2367-1972)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2fe0c40b-57d6-45db-bb0d-08ba2d0af05f/iso-2367-1972>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2367:1972

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2fe0c40b-57d6-45db-bb0d-08ba2d0af05f/iso-2367-1972>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2367:1972

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2fe0c40b-57d6-45db-bb0d-08ba2d0af05f/iso-2367-1972>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2367:1972

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2fe0c40b-57d6-45db-bb0d-08ba2d0af05f/iso-2367-1972>