
NORME INTERNATIONALE 2828

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 fluor — Méthode spectrophotométrique au complexe d'alizarine et chlorure de lanthane

iTeh STANDARD PREVIEW

Première édition — 1973-12-15 **(standards.iteh.ai)**

[ISO 2828:1973](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/db301d81-a60c-4a7f-9d4a-645824971fbb/iso-2828-1973)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/db301d81-a60c-4a7f-9d4a-645824971fbb/iso-2828-1973>

CDU 661.862.22 : 546.16 : 543.42

Réf. N° : ISO 2828-1973 (F)

Descripteurs : oxyde d'aluminium, analyse chimique, dosage, fluor, spectrophotométrie.

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 2828 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 47, *Chimie*, et soumise aux Comités Membres en juillet 1972.

Elle a été approuvée par les Comités Membres des pays suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	Irlande	Royaume-Uni
Allemagne	Israël	Suède
Australie	Italie	Suisse
Autriche	Mexique	Tchécoslovaquie
Belgique	Nouvelle-Zélande	Thaïlande
Egypte, Rép. arabe d'	Pays-Bas	Turquie
France	Pologne	U.R.S.S.
Hongrie	Portugal	
Inde	Roumanie	

Cette Norme Internationale a également été approuvée par l'Union Internationale de Chimie Pure et Appliquée (IUPAC).

Aucun Comité Membre n'a désapprouvé le document.

Oxyde d'aluminium principalement utilisé pour la production de l'aluminium — Dosage du fluor — Méthode spectrophotométrique au complexone d'alizarine et chlorure de lanthane

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie une méthode spectrophotométrique de dosage du fluor, au complexone d'alizarine et chlorure de lanthane dans l'oxyde d'aluminium principalement utilisé pour la production de l'aluminium.

La méthode est applicable aux teneurs en fluor (F) supérieure à 0,003 %.

2 RÉFÉRENCES

ISO/R 802, *Oxyde d'aluminium principalement utilisé pour la production de l'aluminium — Préparation et conservation des échantillons pour essais.*

ISO/R 1693, *Cryolithe naturelle et artificielle — Dosage du fluor — Méthode Willard-Winter modifiée.*

ISO/R 2073, *Oxyde d'aluminium principalement utilisé pour la production de l'aluminium — Mise en solution par attaque à l'acide chlorhydrique sous pression.*

3 PRINCIPE

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

Séparation du fluor par distillation. Formation d'un complexe de coloration bleu, entre le fluor et le réactif combiné complexone d'alizarine/chlorure de lanthane (pH compris entre 4,5 et 4,6). Ajout d'acétone pour augmenter la stabilité et la sensibilité du complexe fluoré obtenu.

Mesurage spectrophotométrique du complexe, à une longueur d'onde aux environs de 620 nm.

4 RÉACTIFS

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

4.1 Acide sulfurique, solution environ 17,5 N.

Ajouter avec précaution et par petites fractions, 50 ml d'acide sulfurique ρ 1,84 g/ml environ, solution à 96 % (m/m) environ, dans environ 50 ml d'eau, et, après refroidissement, compléter le volume à 100 ml.

4.2 Acide sulfurique, solution 24 N environ.

Ajouter avec précaution et par petites fractions 200 ml d'acide sulfurique ρ 1,84 g/ml environ, solution à 96 % (m/m) environ, dans 100 ml d'eau et, après refroidissement, compléter le volume à 300 ml.

4.3 Réactif combiné

Pour la préparation de ce réactif, mélanger, dans l'ordre, les solutions 4.3.1, 4.3.2, 4.3.3, ajouter 250 ml d'acétone (4.4) et compléter ensuite le volume à 1 000 ml.

4.3.1 Complexone d'alizarine, solution

Dissoudre 0,154 g de complexone d'alizarine (acide dihydroxy-1,2 anthraquinonyl-3-méthylamine-*N,N*-diacétique) dans environ 100 ml d'eau additionnée de 1 ml de solution d'ammoniaque (ρ 0,91 g/ml environ, solution à 24 % (m/m) environ). Après dissolution, ajouter 1 ml d'acide acétique cristallisable (ρ 1,05 g/ml environ, solution 17,4 N environ).

4.3.2 Solution tampon

Dissoudre 34 g d'acétate de sodium trihydraté ($\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) et 15 ml d'acide acétique cristallisable (ρ 1,05 g/ml environ, solution 17,4 N environ) dans environ 150 ml d'eau.

4.3.3 Chlorure de lanthane, solution

Dissoudre 0,372 g de chlorure de lanthane heptahydraté ($\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) dans 100 ml environ d'eau.

NOTE — Après mélange, laisser reposer la solution du réactif combiné au moins 24 h, et, de préférence, 2 à 3 jours avant son emploi. La solution est stable pendant 2 semaines environ. Son pH se situe entre 4,55 et 4,60.

4.4 Acétone, ρ 0,80 g/ml environ.

4.5 Fluor, solution étalon correspondant à 0,200 g de fluor (F) par litre.

Peser à 0,000 1 g près 0,442 0 g de fluorure de sodium anhydre (NaF), extra pur, préalablement calciné à 600 °C en capsule de platine et refroidi en dessiccateur. Les introduire dans un bécher de capacité convenable (100 ml, par exemple) et les dissoudre avec de l'eau. Transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 0,200 mg de F.

Conserver cette solution dans un flacon en matière plastique.

NOTE — Si l'on ne dispose pas de fluorure de sodium extra pur, procéder à la recristallisation du produit. Dans ce but, dissoudre 5 g environ de fluorure de sodium pur dans 125 ml d'eau et, après dissolution, filtrer sous vide à l'aide d'un petit entonnoir de Buchner. Évaporer ensuite la solution en capsule de platine jusqu'à 60 ml environ.

Refroidir à 50 °C environ, et séparer par centrifugation le fluorure de sodium cristallisé. Laver ensuite trois fois, toujours par centrifugation, avec de petites quantités d'eau froide.

Transférer le produit dans une capsule de platine, et dessécher dans une étuve électrique, à tirage naturel, réglée à 110 ± 2 °C.

Retirer la capsule de l'étuve, refroidir dans un dessiccateur, broyer le produit en mortier d'agate, puis le passer à travers un tamis de 355 µm (voir ISO/R 565) d'ouverture de maille.

Placer le fluorure de sodium tamisé dans une capsule de platine, et le calciner durant 2 h à environ 600 °C, puis le refroidir dans un dessiccateur.

4.6 Fluor, solution étalon correspondant à 0,010 g de fluor (F) par litre.

Prélever 50 0 ml de la solution étalon (4.5), les introduire dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 10 µg de F.

Préparer cette solution au moment de l'emploi.

4.7 Fluor, solution étalon correspondant à 0,002 0 g de fluor (F) par litre.

Prélever 50,0 ml de la solution étalon (4.6), les introduire dans une fiole jaugée de 250 ml, compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 2 µg de F.

Préparer cette solution étalon au moment de l'emploi.

5 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Appareillage spécifié dans l'ISO/R 2073

5.2 Appareillage pour la distillation du fluor en courant de vapeur, spécifié en 5.3, 5.4 et 5.5 de l'ISO/R 1693.

5.3 Burette, graduée en divisions de 0,05 ml (voir ISO/R 385).

5.4 Spectrophotomètre.

6 MODE OPÉRATOIRE

6.1 Prise d'essai

Peser, à 0,001 g près, 1 g de l'échantillon séché à 300 °C, préparé selon le paragraphe 2.3 de l'ISO/R 802.

Réduire la masse de la prise d'essai à 0,5 g lorsque la teneur présumée en fluor est supérieure à 0,1 %.

6.2 Essai à blanc

Effectuer parallèlement, et suivant le même mode opératoire, un essai à blanc avec les mêmes quantités de tous les réactifs que celles employées pour le dosage, en l'absence d'oxyde d'aluminium pur.

6.3 Établissement de la courbe d'étalonnage

6.3.1 Préparation des solutions témoins, rapportées à des mesurages effectués avec un parcours optique de 1 cm.

Dans une série de neuf fioles jaugées de 100 ml, introduire respectivement les volumes de la solution étalon de fluor (4.7), indiquées dans le tableau :

Solution étalon de fluor (4.7)	Masse correspondante de fluor
ml	µg
0 *	0
1,0	2
2,0	4
4,0	8
5,0	10
10,0	20
15,0	30
20,0	40
30,0	60

* Solution de compensation.

Ajouter, dans chaque fiole, 20 ml d'acétone (4.4), 40 ml de la solution du réactif combiné (4.3).

Vérifier que le pH de chaque solution est compris entre 4,5 et 4,6. Si nécessaire, le corriger par ajout soit d'acide acétique cristallisable, soit d'une solution d'acétate d'ammonium à 500 g/l.

Compléter au volume toutes les fioles et homogénéiser.

Laisser reposer les fioles durant 1 h à l'abri de la lumière.

6.3.2 Mesurages spectrophotométriques

Après 1 h, effectuer les mesurages spectrophotométriques en employant le spectrophotomètre (5.4), à une longueur d'onde aux environs de 620 nm, après avoir ajusté l'appareil au zéro d'absorbance par rapport à la solution de compensation.

6.3.3 Tracé de la courbe

Tracer un graphique en portant, par exemple, sur l'axe des abscisses les valeurs (exprimées en milligrammes) des quantités de fluor contenues dans 100 ml des solutions témoin, et sur l'axe des ordonnées, les valeurs correspondantes de l'absorbance.

6.4 Dosage

6.4.1 Préparation de la solution d'essai

Préparer la solution d'essai en utilisant l'appareillage (5.1) suivant la technique d'attaque en tube scellé indiquée dans l'ISO/R 2073, en remplaçant toutefois les quantités prévues d'acide chlorhydrique et d'eau, respectivement par 5,5 ml de la solution d'acide sulfurique (4.1) et 5 ml d'eau.

Lorsque la masse de la prise d'essai est de 0,5 g, les volumes de la solution d'acide sulfurique (4.1) et d'eau deviennent respectivement 3 ml et 2,5 ml.

6.4.2 Distillation

Recevoir directement la solution d'essai (6.4.1) dans le ballon à distiller de l'appareillage (5.2). Procéder ensuite à la distillation, selon les modalités décrites au paragraphe 6.3.2 de l'ISO/R 1693, en y apportant les précisions suivantes :

- distillation en milieu sulfurique : ajouter 65 ml de la solution d'acide sulfurique (4.2);
- température de distillation : $150 \pm 1^{\circ}\text{C}$.

6.4.3 Réaction colorée

Prélever une partie aliquote du distillat contenant une quantité de fluor comprise entre 2 et 60 μg , dont le volume ne dépasse pas 30 ml, et l'introduire dans une fiole jaugée de 100 ml. Ajouter 20 ml d'acétone (4.4) et 40 ml de la solution du réactif combiné (4.3).

Vérifier que le pH de la solution est compris entre 4,5 et 4,6. Si nécessaire, le corriger soit par ajout d'acide acétique cristallisable, soit d'une solution d'acétate d'ammonium à 500 g/l.

Compléter au volume et homogénéiser.

Laisser reposer durant 1 h à l'abri de la lumière.

6.4.4 Mesurage spectrophotométrique

Après 1 h, effectuer le mesurage spectrophotométrique en employant le spectrophotomètre (5.4) à une longueur d'onde aux environs de 620 nm, après avoir ajusté l'appareil au zéro d'absorbance par rapport à la solution de l'essai à blanc (6.2).

7 EXPRESSION DES RÉSULTATS

Au moyen de la courbe d'étalonnage (6.3.3), déterminer la quantité de fluor correspondant à la valeur de la mesure spectrophotométrique.

La teneur en fluor (F) est donnée, en pourcentage en masse, par la formule

$$m_1 \times \frac{D}{10 \times m_0}$$

où

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai;

m_1 est la masse, en milligrammes, de fluor trouvée dans la partie aliquote de la solution d'essai;

D est le rapport entre le volume du distillat et le volume de la partie aliquote prélevée pour la réaction colorée.

8 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 exprimé;
- 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 dans les documents auxquels il est fait référence, ou de toutes opérations facultatives.

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2828:1973

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/db301d81-a60c-4a7f-9d4a-645824971fbb/iso-2828-1973>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2828:1973

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/db301d81-a60c-4a7f-9d4a-645824971fbb/iso-2828-1973>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2828:1973

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/db301d81-a60c-4a7f-9d4a-645824971fbb/iso-2828-1973>