
NORME INTERNATIONALE



2830

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

Cryolithe, naturelle et artificielle — Dosage de l'aluminium — Méthode par absorption atomique

Première édition — 1973

ITeCh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 2830:1973](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b119f1fd-2d86-4ffe-a995-14e1c3c1cf81/iso-2830-1973)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b119f1fd-2d86-4ffe-a995-14e1c3c1cf81/iso-2830-1973>

CDU 661.8 : 553.634 : 546.621 : 543.42

Réf. N° : ISO 2830-1973 (F)

Descripteurs : cryolithe, analyse chimique, dosage, aluminium, photométrie, méthode par absorption atomique.

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 2830 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'	Inde	Royaume-Uni
Allemagne	Irlande	Suède
Australie	Israël	Suisse
Autriche	Italie	Tchécoslovaquie
Belgique	Mexique	Thaïlande
Canada	Pays-Bas	Turquie
Egypte, Rép. arabe d'	Pologne	U.R.S.S.
France	Portugal	
Hongrie	Roumanie	

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

Le Comité Membre du pays suivant a désapprouvé le document pour des raisons techniques :

Nouvelle-Zélande

Cryolithe, naturelle et artificielle — Dosage de l'aluminium — Méthode par absorption atomique

1 OBJET

La présente Norme Internationale spécifie une méthode par absorption atomique dans la flamme, pour le dosage de l'aluminium dans la cryolithe naturelle et artificielle.

2 DOMAINE D'APPLICATION

La méthode est applicable au dosage de l'aluminium dans la cryolithe naturelle et artificielle, de composition normale, c'est-à-dire lorsque le rapport molaire NaF/AlF_3 est égal à environ 3.

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 attaque à l'acide sulfurique concentré, et reprise par l'acide chlorhydrique et par l'eau. Pulvérisation de la solution au sein d'une flamme acétylène-protoxyde d'azote, et dosage de l'aluminium par mesurage photométrique de l'absorption de la raie 309,3 nm, émise par une lampe à cathode creuse, à l'aluminium.

5 RÉACTIFS

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

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

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

5.3 Chlorure de sodium, solution à 4,067 g/l.

Peser, à 0,000 1 g près, 0,406 7 g de chlorure de sodium, préalablement desséché à 105 °C et refroidi en dessiccateur, les placer dans une fiole jaugée de 100 ml, les dissoudre dans un peu d'eau, compléter au volume et homogénéiser.

5.4 Aluminium, solution étalon correspondant à 1,00 g de Al par litre.

Décaper, dans un peu d'acide nitrique ρ 1,40 g/ml environ, solution à 68 % (m/m) environ, 1,5 g d'aluminium extra-pur (titre 99,999 %), en copeaux obtenus par fraisage ou perçage.

Laver à l'eau les copeaux découpés, et les sécher ensuite par lavage à l'acétone. Peser, à 0,000 1 g près, 1,000 g de ces copeaux séchés, les introduire dans un bécher de forme haute, de capacité convenable (250 ml, par exemple) et ajouter 100 ml environ d'eau, 5 ml de la solution d'acide chlorhydrique (5.2) et 10 ml de la solution d'acide sulfurique (5.1). 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 passé en solution. Laisser refroidir, transférer quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 1,00 mg de Al.

6 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et

6.1 Capsule en platine, diamètre 75 mm environ, hauteur 30 mm environ.

6.2 Spectrophotomètre d'absorption atomique, muni d'un brûleur alimenté par bouteilles d'acétylène et de protoxyde d'azote.

6.3 Lampe à cathode creuse à l'aluminium

7 MODE OPÉRATOIRE

7.1 Prise d'essai

Peser, à 0,000 1 g près, 0,500 g de l'échantillon pour essai séché, préparé suivant les indications du paragraphe 2.3 de ISO/R 1619.

7.2 Établissement de la courbe d'étalonnage

7.2.1 Préparation des solutions témoins

Dans une série de 9 fioles jaugées de 100 ml, placer les volumes de la solution étalon d'aluminium (5.4) indiqués dans le tableau :

Solution étalon d'aluminium (5.4)	Masse correspondante d'aluminium	Masse correspondante d'aluminium en 100 g de cryolite
ml	mg	g
0*	—	—
1,0	1,0	2
2,0	2,0	4
3,0	3,0	6
4,0	4,0	8
5,0	5,0	10
6,0	6,0	12
7,0	7,0	14
8,0	8,0	16

* Essai à blanc des réactifs de la courbe d'étalonnage.

Ajouter, dans chaque fiole, 1 ml de la solution d'acide chlorhydrique (5.2), 1 ml de la solution d'acide sulfurique (5.1) et 10 ml de la solution de chlorure de sodium (5.3) (masse correspondante de sodium 0,016 g : cette masse correspond, en moyenne, au sodium présent dans une prise d'essai de 0,05 g de cryolithe à 32 % de sodium). Compléter ensuite au volume, homogénéiser, et transvaser dans des flacons en matière plastique.¹⁾

N'employer que des solutions témoins fraîchement préparées.

7.2.2 Mesurages spectrophotométriques

7.2.2.1 RÉGLAGE DE L'APPAREIL équipé de la lampe à cathode creuse à l'aluminium (6.3).

Mettre préalablement l'appareil (6.2) sous tension durant le temps nécessaire à sa stabilisation. Régler la longueur d'onde aux environs de 309,3 nm, ainsi que la sensibilité et la fente, selon les caractéristiques de l'appareil. Régler la pression de l'acétylène et du protoxyde d'azote, selon les caractéristiques du brûleur, de manière à obtenir une flamme oxydante, claire et non lumineuse.

7.2.2.2 MESURAGES SPECTROPHOTOMÉTRIQUES

Pulvériser, au sein de la flamme, la série des solutions témoins (7.2.1), et mesurer, pour chacune, l'absorbance. Avoir soin de maintenir constante la quantité des solutions pulvérisées dans la flamme par unité de temps, pendant

toute la durée de l'exécution de la courbe d'étalonnage. Exécuter au moins trois mesurages pour chaque solution témoin et calculer la valeur moyenne.

NOTE — Faire passer de l'eau à travers le brûleur après chaque série de mesurage.

7.2.3 Tracé de la courbe d'étalonnage

Tracer un graphique en portant, par exemple, sur l'axe des abscisses, les valeurs, exprimées en milligrammes, des quantités d'aluminium contenues dans 1 000 ml de solution témoin; et, sur l'axe des ordonnées, les valeurs correspondantes des absorbances, diminuées de la valeur mesurée pour le terme zéro des solutions témoins.

7.3 Dosage

7.3.1 Préparation de la solution d'essai

Placer la prise d'essai (7.1) dans la capsule en platine (6.1), ajouter 5 ml de la solution d'acide sulfurique (5.1), et chauffer avec précaution sur bain de sable sous une hotte bien ventilée jusqu'à complète élimination de l'acide fluorhydrique (15 à 20 min). Augmenter ensuite la température, et évaporer l'acide sulfurique en excès. Ajouter, dans la capsule, 3 ml de la solution d'acide chlorhydrique (5.2), 30 ml d'eau, et chauffer pour parfaire la solution. Laisser refroidir, transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 100 ml, compléter au volume et homogénéiser.

Prélever 10,0 ml de cette solution, et les placer dans une fiole jaugée de 100 ml; ajouter 1 ml de la solution d'acide chlorhydrique (5.2), 1 ml de la solution d'acide sulfurique (5.1), compléter au volume et homogénéiser.

Transférer la solution dans un flacon en matière plastique.¹⁾

7.3.2 Mesurages spectrophotométriques

7.3.2.1 MESURAGE D'ORIENTATION

Effectuer un premier mesurage d'orientation de la solution d'essai (7.3.1) selon les modalités de 7.2.2, en même temps que l'on effectue les mesurages spectrophotométriques des solutions témoins (7.2.1).

7.3.2.2 MESURAGE PAR ENCADREMENT

Effectuer un deuxième mesurage de la solution d'essai (7.3.1), par encadrement entre deux solutions témoins ne différant que de 1 mg d'aluminium pour 100 ml et qui soient respectivement, l'une à concentration supérieure, et l'autre à concentration inférieure à celle de la solution d'essai. Pour la préparation de ces solutions témoins, suivre les modalités indiquées en 7.2.1 en utilisant toutefois des quantités convenables de la solution étalon d'aluminium (5.4).

1) Le polyéthylène, le polytétrafluor éthylène, le polypropylène conviennent entre autres.

7.4 Essai à blanc

7.4.1 Préparation de la solution de l'essai à blanc

Effectuer parallèlement au dosage et 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.

Transférer la solution dans un flacon en matière plastique.¹⁾

7.4.2 Mesurages spectrophotométriques

7.4.2.1 MESURAGE D'ORIENTATION

Effectuer un premier mesurage d'orientation, selon les modalités de 7.2.2, en même temps que l'on effectue les mesurages spectrophotométriques des solutions témoins (7.2.1).

7.4.2.2 MESURAGE PAR ENCADREMENT

Effectuer un deuxième mesurage de la solution de l'essai à blanc (7.4.1), selon les modalités de 7.3.2.2, en même temps que les mesurages prévus au même paragraphe.

E_2 est la valeur de la mesure correspondante;

E est la valeur de la mesure correspondant à la solution d'essai;

C_3 est la concentration, en milligrammes par litre, de la solution témoin inférieure utilisée lors de l'essai à blanc;

E_3 est la valeur de la mesure correspondante;

C_4 est la concentration, en milligrammes par litre, de la solution témoin supérieure utilisée lors de l'essai à blanc;

E_4 est la valeur de la mesure correspondante;

E_0 est la valeur de la mesure correspondant à la solution de l'essai à blanc.

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

$$\frac{C \times 10 \times 100}{m \times 10 \times 1\,000} = \frac{C}{m \times 10}$$

où

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

8 EXPRESSION DES RÉSULTATS

La concentration en aluminium, C , exprimée en milligrammes par litre, de la solution présentée au spectrophotomètre, est donnée par la formule

$$C = \left[C_1 + (C_2 - C_1) \frac{E - E_1}{E_2 - E_1} \right] - \left[C_3 + (C_4 - C_3) \frac{E_0 - E_3}{E_4 - E_3} \right]$$

où

C_1 est la concentration, en milligrammes par litre, de la solution témoin inférieure utilisée lors du dosage;

E_1 est la valeur de la mesure correspondante;

C_2 est la concentration, en milligrammes par litre, de la solution témoin supérieure utilisée lors du dosage;

9 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

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

- référence de la méthode employées;
- 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 facultatives non prévues dans la présente Norme Internationale ou le document auquel il est fait référence, ou facultatives.

1) Le polyéthylène, le polytétrafluor éthylène, le polypropylène conviennent entre autres.

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2830:1973

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b119f1fd-2d86-4ffe-a995-14e1c3c1cf81/iso-2830-1973>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2830:1973

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b119f1fd-2d86-4ffe-a995-14e1c3c1cf81/iso-2830-1973>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2830:1973

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b119f1fd-2d86-4ffe-a995-14e1c3c1cf81/iso-2830-1973>