
NORME INTERNATIONALE



3391

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

Cryolithe, naturelle et artificielle — Dosage du calcium — Méthode par absorption atomique dans la flamme

Cryolite, natural and artificial — Determination of calcium content — Flame atomic absorption method

Première édition — 1976-09-01

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 3391:1976](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/261ee0e2-f77f-44b0-b195-cd06525fd7ef/iso-3391-1976)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/261ee0e2-f77f-44b0-b195-cd06525fd7ef/iso-3391-1976>

CDU 661.862.369 : 546.41 : 543.422

Réf. n° : ISO 3391-1976 (F)

Descripteurs : minéral d'aluminium, cryolithe, analyse chimique, dosage, calcium, méthode spectrophotométrique, méthode spectroscopique d'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.

La Norme Internationale ISO 3391 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 47, *Chimie*, et a été soumise aux Comités Membres en mars 1974.

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

Afrique du Sud, Rép. d'	France	Royaume-Uni
Allemagne	Hongrie	Suède
Autriche	Inde	Suisse
Belgique	Israël	Tchécoslovaquie
Bulgarie	Italie	Thaïlande
Chili	Nouvelle-Zélande	Turquie
Égypte, Rép. arabe d'	Pologne	U.R.S.S.
Espagne	Portugal	Yougoslavie

Aucun Comité Membre n'a désapprouvé le document.

Cryolithe, naturelle et artificielle – 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 la cryolithe, naturelle et artificielle.

2 RÉFÉRENCE

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

3 PRINCIPE

Mise en solution d'une prise d'essai par attaque avec l'acide sulfurique concentré et reprise par l'acide chlorhydrique concentré.

Pulvérisation de la solution au sein d'une flamme alimentée par de l'acétylène et par du monoxyde de diazote.

Dosage du calcium par mesurage spectrophotométrique de l'absorption de la raie émise à 422,7 nm par une lampe à cathode creuse au calcium.

4 RÉACTIFS

Au cours de l'analyse, n'utiliser que des réactifs de qualité analytique reconnue, et que de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

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

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

4.3 Complexant

4.3.1 Nitrate de lanthane, solution à 310 g/l.

Peser, à 0,1 g près, 31,0 g de nitrate de lanthane hexahydraté $[\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ et les introduire dans une fiole jaugée de 100 ml. Les dissoudre dans de l'eau, compléter au volume et homogénéiser.

NOTE – On peut remplacer cette solution par une solution de chlorure de lanthane heptahydraté ($\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) à 270 g/l.

Ou, en variante

4.3.2 Triéthanolamine, solution diluée.

Diluer 100 ml de triéthanolamine $[(\text{CH}_2\text{OHCH}_2)_3\text{N}]$ à 200 ml avec de l'eau.

4.4 Chlorure de sodium, solution correspondant à 16 g de Na par litre.

Peser, à 0,001 g près, 4,067 g de chlorure de sodium, préalablement séché durant 12 h à 120 °C environ et refroidi en dessiccateur, et les introduire dans une fiole jaugée de 100 ml. Les dissoudre dans de l'eau, compléter au volume et homogénéiser.

4.5 Aluminium, solution acide correspondant à 6,6 g de Al par litre.

Peser, à 0,001 g près, 0,66 g d'aluminium extra-pur en petits copeaux et les dissoudre dans une capsule en porcelaine avec 50,0 ml d'une solution d'acide chlorhydrique dilué 1 + 1 (V + V). Transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 100 ml, refroidir, compléter au volume et homogénéiser.

4.6 Calcium, solution étalon correspondant à 1,00 g de Ca par litre.

Peser, à 0,000 1 g près, 2,497 2 g de carbonate de calcium, préalablement séché durant 2 h à 110 °C environ et refroidi en dessiccateur. Les dissoudre avec précaution dans un bécher de 250 ml avec 12 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.2) préalablement dilués avec 12 ml d'eau.

Transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Refroidir, compléter au volume et homogénéiser. Transvaser la solution dans un flacon en matière exempte de calcium.

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

4.7 Calcium, solution étalon correspondant à 0,10 g de Ca par litre.

Introduire 100,0 ml de la solution étalon de calcium (4.6) dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser. Transvaser la solution dans un flacon en matière exempte de calcium.

1 ml de cette solution étalon contient 0,10 mg de Ca.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3391:1976

<http://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/261ee0e2-f77f-44b0-b195-406525fd7ef/iso-3391-1976>

5 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Capsules en platine, de diamètre 75 mm environ et de hauteur 30 mm environ.

5.2 Spectrophotomètre d'absorption atomique, muni d'un brûleur alimenté par des bouteilles de monoxyde de diazote et d'acétylène (un brûleur de 50 à 60 mm convient).

5.3 Lampe à cathode creuse au calcium.

6 MODE OPÉRATOIRE

6.1 Prise d'essai

Peser, à 0,000 1 g près, 0,500 g de l'échantillon pour essai séché, préparé suivant l'ISO 1619 (paragraphe 3.3).

6.2 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. Avant d'introduire l'acide sulfurique, ajouter 10,0 ml de la solution d'aluminium (4.5) et 10,0 ml de la solution de chlorure de sodium (4.4).

6.3 Établissement de la courbe d'étalonnage

6.3.1 Préparation des solutions témoins

Dans une série de six capsules en platine (5.1), introduire les volumes de la solution étalon de calcium (4.7) indiqués dans le tableau suivant :

Solution étalon de calcium (4.7)	Masse correspondante de Ca	Correspondant à CaO dans la cryolithe
ml	mg	%
0*	0	0
1,0	0,10	0,028
2,0	0,20	0,056
3,0	0,30	0,084
4,0	0,40	0,112
5,0	0,50	0,140

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

Ajouter, dans chaque capsule, 10,0 ml de la solution acide d'aluminium (4.5), 10,0 ml de la solution de chlorure de sodium (4.4) et 5,0 ml de la solution d'acide sulfurique (4.1), et chauffer avec précaution sur un bain de sable ou sur une plaque chauffante pour faire évaporer l'acide sulfurique libre.

NOTE — Les 5,0 ml de la solution d'acide sulfurique (4.1) peuvent être remplacés par 10,0 ml d'une solution d'acide perchlorique, ρ 1,70 g/ml environ. Dans ce cas, on peut effectuer les mesurages spectrophotométriques en utilisant une flamme air-acétylène (flamme oxydante, claire et non lumineuse).

Introduire, dans chaque capsule, 1,0 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.2) et 30 ml d'eau. Transvaser quantitativement les solutions dans des fioles jaugées de 100 ml, ajouter soit 10 ml de la solution de nitrate ou de chlorure de lanthane (4.3.1), soit 20 ml de la solution de triéthanolamine (4.3.2), refroidir, compléter au volume et homogénéiser.

Conserver les solution dans des flacons en matière exempte de calcium.

6.3.2 Mesures spectrophotométriques

Monter la lampe à cathode creuse au calcium (5.3). Mettre préalablement l'appareil (5.2) sous tension durant le temps nécessaire pour sa stabilisation. Régler la longueur d'onde à 422,7 nm, ainsi que la sensibilité et l'ouverture de la fente suivant les caractéristiques de l'appareil. Régler la pression des gaz suivant les caractéristiques du brûleur, de manière à obtenir une flamme oxydante. Régler la vitesse d'aspiration (par exemple 2 à 3 ml/min).

Pulvériser au sein de la flamme les solutions témoins (6.3.1) et mesurer l'absorbance de chacune d'elles.

Avoir soin de maintenir constante la quantité de solution pulvérisée au sein de la flamme dans le temps, pendant tous les mesurages.

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

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 masses de Ca contenues dans 100 ml de solution témoin et, sur l'axe des ordonnées, les valeurs correspondantes des absorbances, diminuées de la valeur obtenue pour l'essai à blanc des réactifs de la courbe d'étalonnage.

6.4 Dosage

6.4.1 Préparation de la solution d'essai

Introduire la prise d'essai (6.1) dans l'une des capsules en platine (5.1) et y ajouter 5,0 ml de la solution d'acide sulfurique (4.1) (voir note en 6.3.1). Chauffer avec précaution sur un bain de sable ou sur une plaque chauffante jusqu'à complète élimination de l'acide fluorhydrique (15 à 20 min). Augmenter ensuite lentement la température pour faire évaporer l'acide sulfurique libre.

Ajouter, dans la capsule, 3,0 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.2) et 30 ml d'eau, et chauffer sur un bain d'eau bouillante jusqu'à dissolution complète.

Transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 100 ml, ajouter soit 10 ml de la solution de nitrate ou de chlorure de lanthane (4.3.1), soit 20 ml de la solution de triéthanolamine (4.3.2), refroidir, compléter au volume et homogénéiser.

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

6.4.2 Mesures spectrophotométriques

6.4.2.1 MESURAGE PRÉLIMINAIRE

Effectuer un mesurage préliminaire de la solution d'essai (6.4.1) et de celle de l'essai à blanc (6.2) en même temps que les mesurages spectrophotométriques des solutions témoins préparées selon 6.3.1, suivant les modalités spécifiées en 6.3.2.

6.4.2.2 MESURAGE PAR ENCADREMENT

Effectuer un deuxième mesurage de la solution d'essai (6.4.1), par encadrement entre deux solutions témoins ne différant que de 0,10 mg de Ca dans 100 ml et qui soient, 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 spécifiées en 6.3.1, en utilisant toutefois des quantités convenables de la solution étalon de calcium (4.7).

Effectuer aussi, en même temps, un deuxième mesurage, sans encadrement, de la solution de l'essai à blanc (6.2).

C_1 est la concentration, en milligrammes, pour 100 ml de la solution témoin la plus diluée employée pour le dosage par encadrement de la solution d'essai;

A_1 est la valeur de la mesure spectrophotométrique correspondante;

C_2 est la concentration, en milligrammes, pour 100 ml de la solution témoin la plus concentrée employée pour le dosage par encadrement de la solution d'essai;

A_2 est la valeur de la mesure spectrophotométrique correspondante;

A_3 est la valeur de la mesure spectrophotométrique correspondant à la solution de l'essai à blanc des réactifs de la courbe d'étalonnage;

A_4 est la valeur de la mesure spectrophotométrique correspondant à la solution d'essai.

La teneur en calcium, exprimée en pourcentage en masse de CaO, est donnée par la formule

$$\frac{C \times 1,399 \times 100}{1\,000 \times m} = 0,1399 \frac{C}{m}$$

où

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai (6.1);

1,399 est le facteur de conversion du Ca en CaO.

iTech STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

7 EXPRESSION DES RÉSULTATS

La concentration en calcium (Ca), exprimée en milligrammes pour 100 ml de solution utilisée pour le mesurage spectrophotométrique, est donnée par la formule

$$C = C_1 + (C_2 - C_1) \times \left[\frac{(A_4 - A_0) - (A_1 - A_3)}{(A_2 - A_1)} \right]$$

où

A_0 est la valeur de la mesure spectrophotométrique correspondant à la solution de l'essai à blanc;

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 dans la Norme Internationale à laquelle il est fait référence, ou de toutes opérations facultatives.

ANNEXE

PUBLICATIONS ISO RELATIVES À LA CRYOLITHE, NATURELLE ET ARTIFICIELLE

- ISO 1619 – Préparation et conservation des échantillons pour essai.
- ISO 1620 – Dosage de la silice – Méthode spectrophotométrique au molybdosilicate réduit.
- ISO 1693 – Dosage du fluor – Méthode de Willard-Winter modifiée.
- ISO 1694 – Dosage du fer – Méthode photométrique à la phénanthroline-1,10.
- ISO 2366 – Dosage du sodium – Méthodes par spectrophotométrie de flamme (émission) et par absorption atomique.
- ISO 2367 – Dosage de l'aluminium – Méthode gravimétrique à l'hydroxy-8 quinoléine.
- ISO 2830 – Dosage de l'aluminium – Méthode par absorption atomique.
- ISO 3391 – Dosage du calcium – Méthode par absorption atomique dans la flamme.
- ISO 3392 – Dosage de l'eau – Méthode électrométrique.
- ISO 3393 – Détermination de l'humidité – Méthode gravimétrique.
- ISO 4277 – Évaluation de la teneur en fluorures libres – Méthode titrimétrique conventionnelle.
- ISO 4280 – Dosage des sulfates – Méthode gravimétrique à l'état de sulfate de baryum.
- ISO . . . – Échantillonnage.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 3391:1976](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/261ee0e2-f77f-44b0-b195-cd06525fd7ef/iso-3391-1976)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/261ee0e2-f77f-44b0-b195-cd06525fd7ef/iso-3391-1976>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3391:1976

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/261ee0e2-f77f-44b0-b195-cd06525fd7ef/iso-3391-1976>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3391:1976

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/261ee0e2-f77f-44b0-b195-cd06525fd7ef/iso-3391-1976>