

NORME FRANÇAISE
ENREGISTRÉEOXYDE D'ALUMINIUM PRINCIPALEMENT UTILISÉ
POUR LA PRODUCTION DE L'ALUMINIUM**DOSAGE DU VANADIUM**
Méthode photométrique à la *N*-benzoyl-*N*-phénylhydroxylamine**NF**
T 20-209
Octobre 1973**AVANT-PROPOS**

La méthode décrite dans la présente norme est identique à celle qui fait l'objet de la Recommandation ISO R 1618.

1. OBJET

La présente norme décrit une méthode photométrique à la *N*-benzoyl-*N*-phénylhydroxylamine pour le dosage du vanadium dans l'oxyde d'aluminium principalement utilisé pour la production de l'aluminium.

2. DOMAINE D'APPLICATION

La méthode est applicable au dosage du vanadium présent dans le produit industriel aux teneurs comprises entre 0,0003 et 0,016 % de V_2O_5 , à condition que les impuretés en Cr_2O_3 et TiO_2 ne dépassent pas respectivement 0,002 et 0,006 %.

2.1 CAS PARTICULIERS (en cours d'étude)

Teneurs en Cr_2O_3 supérieures à 0,002 % et en TiO_2 supérieures à 0,006 %.

3. PRINCIPE

Formation du complexe vanadium-*N*-benzoyl-*N*-phénylhydroxylamine après oxydation du vanadium présent en vanadium (V) par le permanganate en milieu sulfurique 4,5 N.

Extraction du complexe coloré (violet) par le chloroforme, en milieu chlorhydrique 3,5 N. Mesure photométrique à une longueur d'onde aux environs de 524 nm.

4. RÉACTIFS

Au cours de l'analyse, n'employer que de l'eau distillée ou de l'eau d'une pureté équivalente.

- 4.1 Carbonate de sodium anhydre.
- 4.2 Acide borique (H_3BO_3) ou
 - 4.2.1 Trioxyde de bore (B_2O_3).
- 4.3 Acide sulfurique, solution 8 N environ.

Ajouter avec précaution 225 ml d'acide sulfurique $\rho_{20} = 1,84$ g/ml solution à 96 % (m/m) environ, dans 500 ml environ d'eau, refroidir et compléter le volume à 1 000 ml.

Enregistrée
par décision
du 8-10-73© AFNOR 1973. Droits de
reproduction et de traduction
réservés pour tous pays.

Aluminium oxide primarily used for the production of aluminium.
Determination of vanadium content.
Photometric method using *N*-benzoyl-*N*-phenylhydroxylamine.
Aluminiumoxid. Bestimmung von Vanadium (Photometrisches
Verfahren mit *N*-benzoyl-*N*-phenylhydroxylamin).

NF T 20-209

4.4 Acide sulfurique, solution 16 N environ.

Ajouter avec précaution 450 ml d'acide sulfurique $\rho_{20} = 1,84$ g/ml solution à 96 % (m/m) environ, dans 500 ml environ d'eau, refroidir et compléter le volume à 1 000 ml.

4.5 Permanganate de potassium, solution à 0,6 g/l.

4.6 Acide chlorhydrique $\rho_{20} = 1,19$ g/ml solution à 38 % (m/m) environ.

4.7 Chloroforme exempt d'éthanol.

Purifier le chloroforme, $\rho_{20} = 1,49$ g/ml environ, en le lavant cinq ou six fois avec un volume d'eau égal à la moitié du volume du chloroforme traité. Sécher sur chlorure de calcium anhydre et distiller, en recevant le distillat dans un récipient en verre sombre. Conserver dans un endroit frais (température inférieure à 25 °C) et à l'abri de la lumière.

4.8 N-benzoyl-N-phénylhydroxylamine, solution chloroformique à 1 g/l.

Dissoudre 0,1 g de N-benzoyl-N-phénylhydroxylamine dans 100 ml de chloroforme purifié (4.7).

4.9 Vanadium, solution étalon contenant 1,000 g/l de V_2O_5 .

Peser à 1 mg près, 1 g de V_2O_5 — préalablement séché à 110 °C et refroidi en dessiccateur — le transférer dans un bécher de capacité convenable (250 ml, par exemple) et ajouter 20 ml de solution d'hydroxyde de sodium à 5 % (m/m).

Après dissolution, acidifier avec 12 ml de la solution d'acide sulfurique (4.4), transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 1,0 mg de V_2O_5 .

4.10 Vanadium, solution étalon contenant 0,10 g/l de V_2O_5 .

Prélever 50,0 ml de la solution étalon (4.9), les transférer dans une fiole jaugée de 500 ml, compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 0,10 mg de V_2O_5 .

4.11 Vanadium, solution étalon contenant 0,010 g/l de V_2O_5 .

Prélever 50,0 ml de la solution étalon (4.10), les transférer dans une fiole jaugée de 500 ml, compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 0,010 mg de V_2O_5 .

4.12 Sulfate de sodium anhydre.

5. APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire et

5.1 Ampoules à décantation, à tige très courte, capacité 150 ml.

5.2 Spectrophotomètre,

ou

5.3 Électrophotomètre.