

## DOSAGE DE L'ALUMINIUM DANS UNE CERAMIQUE

Le dosage de l'aluminium peut être envisagé pour analyser un ciment réfractaire. Un ciment est composé essentiellement de chaux et de silicates. Cependant, si on veut une bonne tenue en température, on peut également avoir de fortes teneurs en alumine. Nous allons modéliser la solution obtenue par lixiviation acide d'un ciment par une solution contenant un mélange  $\text{Al}^{3+}$  et  $\text{Ca}^{2+}$ .

- Qu'appelle-t-on lixiviation ?

### 1) Préparation d'une solution étalon de sulfate de zinc.

Préparer 250 mL d'une solution de sulfate de zinc environ exactement centimolaire.

- Le sulfate de zinc est-il vendu sous forme hydratée ou non ?

### 2) Étalonnage de la solution

Dans un becher de 250 mL on introduit :

- un petit barreau aimanté
- 10,0 mL de la solution d'EDTA fournie (environ 0,02 M ; titre exact fourni)
- environ 15 mL d'eau distillée et 15 mL d'éthanol
- 1 g environ d'hexaméthylène tétramine (HMTA)
- 20 gouttes de dithizone (solution alcoolique à 2,5 g/L)

Sur une prise d'essai, on mesure le pH de la solution. Celui-ci doit être de l'ordre de 5. Le pH est ajusté grâce à un compte-gouttes et à une solution d'acide chlorhydrique 2 M d'une part, d'une solution de soude 4 M d'autre part. Doser rapidement par la solution de sulfate de zinc préparée, jusqu'à avoir une teinte rose franc. Conserver cette solution comme échantillon de teinte.

Faire 3 autres dosages concordants.

- Rechercher les  $\text{p}K_d$  des ions  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Al}^{3+}$  et  $\text{Zn}^{2+}$  avec l'EDTA
- Rechercher les  $\text{p}K_a$  de l'EDTA
- Montrer qu'à ce pH, le calcium n'est pas dosé.
- La concentration en zinc déterminée par pesage correspond-elle à celle du dosage ? Faire le calcul d'erreur. Conclusion ?

### 3) Dosage des ions aluminium dans $S_1$

La solution  $S_1$  est une solution de nitrate d'aluminium. On se propose de doser ce dernier.

Dans un becher de 250 mL on introduit :

- un petit barreau aimanté
- 10,0 mL de la solution d'EDTA fournie
- environ 15 mL d'eau distillée + 15 mL d'éthanol
- 10,0 mL de  $S_1$ .
- 1 g environ d'hexaméthylène tétramine (HMTA)
- 20 gouttes de dithizone

On ajuste le pH à 5, puis le contenu du becher est chauffé vers les 60°C avant d'être dosé comme précédemment. Quand le virage est obtenu, chauffer à nouveau quelques instants ; si la coloration change rajouter du zinc jusqu'à persistance de la coloration rose. Là aussi, on fera 3 dosages concordants.

- Pourquoi faut-il chauffer ?
- Déterminer la concentration en aluminium de la solution  $S_1$  fournie.

#### 4) Dosage du mélange

On dispose d'une solution S contenant un mélange  $Ca^{2+}$ ,  $Al^{3+}$ .

Dans un becher de 250 mL on introduit :

- un petit barreau aimanté
- 10,0 mL de la solution d'EDTA fournie
- environ 15 mL d'eau distillée + 15 mL d'éthanol
- 10,0 mL de S.
- 1 g environ d'hexaméthylène tétramine (HMTA)
- 20 gouttes de dithizone.

Ajuster le pH à 5. Observer la teinte de la solution.

- L'EDTA est-il en excès ? Justifier votre réponse.

Faire 3 dosages concordants sur 3 autres prises d'essais.

- Qu'a-t-on dosé à l'équivalence : l'aluminium ou le calcium ? (on pourra utiliser le logiciel « ChimieGéné »).
- Supposons maintenant, que l'on fasse le dosage à pH=9. Peut-on doser, à l'aide de la calmagite,  $Al^{3+}$ ,  $Ca^{2+}$ , les deux ? Si vous avez le temps essayer de faire le dosage et interprétez ce que vous observez. Pour ajuster le pH à une valeur supérieure à 9 on ajoute de la soude. Pourquoi ne peut-on pas utiliser un tampon ammoniacal ?

#### 5) Préparation de la cordiérite

Cette opération étant longue, elle a été faite pour vous.

La cordiérite est un aluminosilicate de formule  $Al_3Mg_2AlSi_5O_{18}$

- Déterminer le pourcentage massique d'aluminium dans la cordiérite.

La cordiérite est utilisée comme support de catalyseur dans les pots catalytiques. On prélève donc environ exactement (la masse exacte pesée vous est donnée) 1 g de céramique que l'on broie finement avant de les introduire dans un ballon. On ajoute environ 100 mL d'acide chlorhydrique concentré et on chauffe à reflux pendant 1 h. La

solution est laissée à refroidir puis on l'introduit dans un ballon de 250 mL et on ajuste au trait de jauge avec de l'acide chlorhydrique 6 M C'est cette solution  $S_2$  qui vous est fournie.

## 6) Dosage de $S_2$

Dans un becher de 250 mL on introduit :

- un petit barreau aimanté
- 5,0 mL de  $S_2$
- 10,0 mL d'EDTA  $\sim 0,02$  M
- 5 mL de soude 4 M (vérifier le pH qui doit rester acide)
- 15 mL d'éthanol
- 1 g d'hexamine (vérifier que le pH final est voisin de 5)
- chauffer à environ  $60^\circ\text{C}$
- 15 gouttes de dithizone

On dose par le zinc environ centimolaire.

- Déterminer la teneur en aluminium de la cordiérite.
- Comparer votre résultat à celui obtenu dans le § 5
- Les ions  $\text{Mg}^{2+}$  et  $\text{Si}^{4+}$  gênent-ils ?