
NORME INTERNATIONALE 4279

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

Fluorure d'aluminium à usage industriel — Dosage du sodium — Méthode par spectrophotométrie de flamme en émission

Aluminium fluoride for industrial use — Determination of sodium content — Flame emission spectrophotometric method

iTeh STANDARD PREVIEW

Première édition — 1977-11-15 **(standards.iteh.ai)**

[ISO 4279:1977](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/430fed63-9f5d-4852-a536-09768c48edd6/iso-4279-1977>

CDU 661.862.362 : 546.33 : 543.42

Réf. n° : ISO 4279-1977 (F)

Descripteurs : fluorure d'aluminium, analyse chimique, dosage, sodium, méthode spectrophotométrique.

Prix basé sur 4 pages

AVANT-PROPOS

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est confiée aux comités techniques de l'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 4279 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 47, *Chimie*, et a été soumise aux comités membres en septembre 1975.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

Afrique du Sud, Rép. d'	Hongrie	Roumanie
Allemagne	Inde	Royaume-Uni
Autriche	Italie	Suède
Belgique	Mexique	Suisse
Espagne	Pays-Bas	Thaïlande
France	Pologne	Turquie

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

Fluorure d'aluminium à usage industriel – Dosage du sodium – Méthode par spectrophotométrie de flamme en émission

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme internationale spécifie une méthode de dosage du sodium par spectrophotométrie de flamme en émission dans le fluorure d'aluminium à usage industriel.

La méthode est applicable aux produits dont la teneur en sodium, exprimé en oxyde de sodium (Na_2O), est égale ou supérieure à 0,05 % (*m/m*).

2 RÉFÉRENCE

ISO 2925, *Fluorure d'aluminium à usage industriel – Préparation et conservation des échantillons pour essai.*

3 PRINCIPE

Fusion, à température contrôlée, d'une prise d'essai avec un mélange de carbonate de lithium et d'oxyde de bore ou d'acide borique, en variante, avec un mélange de carbonate de lithium et de tétraborate de lithium.

Reprise de la masse fondue par une solution d'acide chlorhydrique.

Pulvérisation de la solution au sein d'une flamme et dosage du sodium par mesurage photométrique de l'intensité de la raie émise à 589 nm.

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 Carbonate de lithium, anhydre (Li_2CO_3).

4.2 Trioxyde de dibore (oxyde de bore) (B_2O_3), ou

4.2.1 Acide borique (H_3BO_3), ou

4.2.2 Tétraborate de lithium ($\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$).

4.3 Aluminium, titre 99,99 %, en copeaux.

4.4 Mercure.

4.5 Acétone, ρ 0,788 g/ml environ.

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

4.7 Acide nitrique, ρ 1,40 g/ml environ, solution à 68 % (*m/m*) environ.

4.8 Sodium, solution étalon correspondant à 2,00 g de Na_2O par litre.

Peser, à 0,001 g près, 3,772 g de chlorure de sodium préalablement séché durant 12 h à 110 °C et refroidi en dessiccateur. Les transférer quantitativement dans une fiole jaugée de 1 000 ml contenant un peu d'eau, dissoudre, compléter au volume et homogénéiser.

Transvaser la solution dans un flacon en plastique convenable.

1 ml de cette solution étalon contient l'équivalent de 2,00 mg de Na_2O .

4.9 Sodium, solution étalon correspondant à 0,200 g de Na_2O par litre.

Prélever 50,0 ml de la solution étalon de sodium (4.8) et les introduire dans une fiole jaugée de 500 ml; compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient l'équivalent de 0,200 mg de Na_2O .

Préparer cette solution au moment de l'emploi et la transvaser dans un flacon en plastique convenable.

5 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Creuset en platine, ou creuset en alliage platine-or (Au 5 %), de diamètre supérieur 70 mm environ et de hauteur 40 mm environ, avec couvercle en même métal.

5.2 Four électrique, ouvert, réglable à 500 ± 20 °C.

5.3 Four électrique, réglable à $1\,000 \pm 50$ °C.

5.4 Bêcher en verre borosilicaté, de capacité 600 ml environ.

5.5 Spectrophotomètre de flamme, muni d'un pulvérisateur-brûleur, alimenté de manière à exciter l'émission de la raie spectrale du sodium à 589 nm.

6 MODE OPÉRATOIRE

6.1 Prise d'essai

Peser, à 0,001 g près, 1 g de l'échantillon séché (voir ISO 2925, paragraphe 2.3).

6.2 Établissement de la courbe d'étalonnage

6.2.1 Préparation des solutions de base

6.2.1.1 PRÉPARATION D'UNE SOLUTION CHLORHYDRIQUE D'ALUMINIUM CORRESPONDANT À 40 g DE AlF_3 PAR LITRE

Décaper, dans un peu de la solution d'acide nitrique (4.7), 6 g environ de l'aluminium (4.3). Laver à l'eau et sécher à l'acétone (4.5). Peser, à 0,001 g près, 3,212 g du métal propre et sec, les introduire dans le bécher (5.4) et ajouter 100 ml environ d'eau et 95 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.6). Introduire 1 goutte du mercure (4.4) pour faciliter l'attaque. Attendre que la réaction se calme, puis chauffer doucement sur une plaque chauffante jusqu'à ce que tout l'aluminium soit dissous. Laisser refroidir légèrement, transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 250 ml, compléter au volume et homogénéiser.

Transvaser la solution dans un flacon en plastique convenable.

6.2.1.2 PRÉPARATION D'UNE SOLUTION CHLORHYDRIQUE DES FONDANTS

Utiliser, pour cette préparation, les mêmes fondants que ceux qui seront utilisés pour la préparation de la solution d'essai (6.3.1).

Introduire, dans le bécher (5.4),

- soit 14,0 g du carbonate de lithium (4.1) et 17,5 g de l'oxyde de bore (4.2),
- soit 14,0 g du carbonate de lithium (4.1) et 31,0 g de l'acide borique (4.2.1),
- soit 7,5 g du carbonate de lithium (4.1) et 21,0 g du tétraborate de lithium (4.2.2).

Introduire 50 ml environ d'eau et, par petites fractions, 30 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.6). Après cessation du dégagement gazeux, chauffer sur une plaque chauffante en agitant de temps en temps avec une baguette en verre jusqu'à dissolution complète. Diluer à 200 ml environ avec de l'eau chaude, laisser refroidir, transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 500 ml, compléter au volume et homogénéiser.

Transvaser la solution dans un flacon en plastique convenable.

6.2.2 Préparation des solutions témoins

Dans une série de huit fioles jaugées de 100 ml, introduire 10 ml de la solution d'aluminium (6.2.1.1), 20 ml de la

solution des fondants (6.2.1.2) et ensuite les volumes de la solution étalon de sodium (4.9) indiqués dans le tableau suivant :

Solution étalon de sodium (4.9)	Masse correspondante de Na_2O	Masse de Na_2O rapportée à 100 g de AlF_3
ml	mg	g
0*	0	0
5,00	1,00	0,25
10,00	2,00	0,50
12,50	2,50	0,625
15,00	3,00	0,75
17,50	3,50	0,875
20,00	4,00	1,00
25,00	5,00	1,25

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

Compléter au volume, homogénéiser, et transvaser les solutions dans des flacons en plastique convenable.

6.2.3 Mesures spectrophotométriques

Mettre préalablement l'appareil (5.5) sous tension et le laisser se stabiliser. Régler la sensibilité de l'appareil et l'ouverture de la fente suivant les caractéristiques de l'appareil et en assurant une largeur de bande passante de 6 nm au maximum, centrée sur le maximum d'émission (valeur théorique 589 nm).

Pulvériser au sein de la flamme les différentes solutions témoins (6.2.2) et mesurer l'intensité des radiations émises.

Avoir soin de maintenir constant le débit de solution pulvérisée pendant tous les mesurages.

6.2.4 Tracé de la courbe

Soustraire l'intensité du blanc des réactifs de celles des solutions témoins. Tracer un graphique en portant, par exemple, sur l'axe des abscisses, les masses, en milligrammes, de Na_2O contenues dans 100 ml de solution témoin et, sur l'axe des ordonnées, les valeurs correspondantes corrigées.

6.3 Dosage

6.3.1 Préparation de la solution d'essai

Peser, dans le creuset (5.1),

- soit 1,40 g du carbonate de lithium (4.1) et 1,75 g de l'oxyde de bore (4.2),
- soit 1,40 g du carbonate de lithium (4.1) et 3,10 g de l'acide borique (4.2.1),
- soit 0,75 g du carbonate de lithium (4.1) et 2,10 g du tétraborate de lithium (4.2.2).

Ajouter la prise d'essai (6.1) et mélanger soigneusement avec une spatule en platine ou en nickel ou en acier inoxydable. Couvrir le creuset avec son couvercle, l'introduire dans le four électrique (5.2), réglé à $500 \pm 20^\circ\text{C}$, et maintenir à cette température jusqu'à fusion des fondants.

Transférer ensuite le creuset couvert dans le four électrique (5.3), réglé à $1\,100 \pm 50$ °C (ne pas dépasser 1 150 °C), et maintenir à cette température jusqu'à fusion complète.

Retirer le creuset du four et le laisser refroidir à l'air. Le chauffer à nouveau sur la flamme d'un bec de Bunsen et tremper ensuite rapidement la base du creuset dans un bain d'eau froide de façon à craqueler la masse vitrifiée. Détacher les morceaux de la masse fondue à l'aide d'une baguette en platine ou en nickel ou en acier inoxydable, en tapotant légèrement, au besoin, les parois du creuset avec une spatule, et recueillir les morceaux dans le bécher (5.4). Ajouter 7,5 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.6) dans le bécher et 5 ml dans le creuset. Chauffer doucement le creuset sur une plaque chauffante jusqu'à dissolution complète. Transvaser alors la solution dans le bécher; rincer plusieurs fois le creuset à l'eau chaude en recueillant les liquides de lavage dans le bécher. Couvrir le bécher d'un verre de montre et le porter sur une plaque chauffante. Chauffer au voisinage de l'ébullition jusqu'à dissolution complète, puis laisser refroidir. Transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 250 ml, compléter au volume et homogénéiser.

Transvaser la solution dans un flacon en plastique convenable.

6.3.2 Mesures spectrophotométriques

Effectuer les mesurages spectrophotométriques en émission de flamme suivant les modalités spécifiées en 6.2.3, en même temps que l'on effectue les mesurages des solutions témoins (6.2.2).

NOTE – Les faibles teneurs en sodium habituellement rencontrées ne nécessitent pas l'emploi de la méthode par encadrement.

6.4 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.

Transvaser la solution dans un flacon en plastique convenable.

7 EXPRESSION DES RÉSULTATS

Au moyen de la courbe d'étalonnage (6.2.4), déterminer les concentrations de Na_2O , en milligrammes par 100 ml, de la solution d'essai (6.3.1) et de celle de l'essai à blanc (6.4).

La teneur en sodium, exprimée en pourcentage en masse d'oxyde de sodium (Na_2O), est donnée par la formule

$$(c_1 - c_0) \times \frac{1}{1\,000} \times \frac{250}{100} \times \frac{100}{m}$$

$$= \frac{c_1 - c_0}{4m}$$

où

c_0 est la concentration, en milligrammes par 100 ml, de Na_2O trouvée dans la solution de l'essai à blanc (6.4);

c_1 est la concentration, en milligrammes par 100 ml, de Na_2O trouvée dans la solution d'essai (6.3.1);

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

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

8 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

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

- référence de la méthode utilisée;
- 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 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 AU FLUORURE D'ALUMINIUM À USAGE INDUSTRIEL

- ISO 2362 – Dosage du fluor – Méthode de Willard-Winter modifiée.
- ISO 2368 – Dosage du fer – Méthode spectrophotométrique à la 1,10-phénanthroline.
- ISO 2369 – Dosage de la silice – Méthode spectrophotométrique au complexe silicomolybdique réduit.
- ISO 2925 – Préparation et conservation des échantillons pour essai.
- ISO 3392 – Dosage de l'eau – Méthode électrométrique.
- ISO 3393 – Détermination de l'humidité – Méthode gravimétrique.
- ISO 4279 – Dosage du sodium – Méthode par spectrophotométrie de flamme en émission.
- ISO 4280 – Dosage des sulfates – Méthode gravimétrique à l'état de sulfate de baryum.
- ISO 5930 – Dosage du phosphore – Méthode spectrophotométrique au molybdophosphate réduit.
- ISO 5938 – Dosage du soufre – Méthode par fluorescence X.
- ISO . . . – Échantillonnage.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 4279:1977](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/430fed63-9f5d-4852-a536-09768c48edd6/iso-4279-1977)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/430fed63-9f5d-4852-a536-09768c48edd6/iso-4279-1977>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4279:1977

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/430fed63-9f5d-4852-a536-09768c48edd6/iso-4279-1977>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4279:1977

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/430fed63-9f5d-4852-a536-09768c48edd6/iso-4279-1977>