

---

# NORME INTERNATIONALE 4280

---

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

---

## Cryolithe, naturelle et artificielle, et fluorure d'aluminium à usage industriel — Dosage des sulfates — Méthode gravimétrique à l'état de sulfate de baryum

*Cryolite, natural and artificial, and aluminium fluoride for industrial use — Determination of sulphate content — Barium sulphate gravimetric method*

**(standards.iteh.ai)**

Première édition — 1977-11-15

[ISO 4280:1977](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1a063f01-011e-4a95-be27-13da14ddce4d/iso-4280-1977>

---

CDU 661.8 : 553.634 + 661.862.362 : 546.226 : 543.21

Réf. n° : ISO 4280-1977 (F)

**Descripteurs** : minerai d'aluminium, fluorure d'aluminium, cryolithe, analyse chimique, dosage, sulfate, méthode gravimétrique.

## 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 4280 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 47, *Chimie*, et a été soumise aux comités membres en mars 1975.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

Afrique du Sud, Rép. d'	France	Royaume-Uni
Allemagne	Hongrie	Suède
Australie	Inde	Suisse
Belgique	Israël	Thaïlande
Brésil	Italie	Turquie
Bulgarie	Mexique	U.R.S.S.
Égypte, Rép. arabe d'	Pologne	U.S.A.
Espagne	Roumanie	

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

# Cryolithe, naturelle et artificielle, et fluorure d'aluminium à usage industriel – Dosage des sulfates – Méthode gravimétrique à l'état de sulfate de baryum

## 1 OBJET

La présente Norme internationale spécifie une méthode gravimétrique à l'état de sulfate de baryum pour le dosage des sulfates dans la cryolithe, naturelle et artificielle, et dans le fluorure d'aluminium à usage industriel.

## 2 DOMAINE D'APPLICATION

La méthode est applicable aux produits dont la teneur en sulfates, exprimés en trioxyde de soufre ( $\text{SO}_3$ ), est égale ou supérieure à 0,1 % (*m/m*).

## 3 RÉFÉRENCES

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

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

## 4 PRINCIPE

Fusion alcaline d'une prise d'essai à l'aide d'un mélange de carbonate de sodium et d'acide borique. Reprise de la masse fondue par une solution d'acide perchlorique et précipitation des ions sulfate par le chlorure de baryum en milieu acide. Filtration du précipité obtenu, calcination à  $850^\circ\text{C}$  et pesée.

## 5 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.

**5.1 Carbonate de sodium**, anhydre.

**5.2 Acide borique**.

**5.3 Acide perchlorique**,  $\rho$  1,67 g/ml environ, solution à 70 % (*m/m*) environ.

**5.4 Acide chlorhydrique**, solution 6 N environ.

**5.5 Acide sulfurique**,  $\rho$  1,84 g/ml environ, solution à 96 % (*m/m*) environ.

**5.6 Chlorure de baryum** dihydraté ( $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ), solution à 122 g/l ou 1 N environ.

**5.7 Nitrate d'argent**, solution nitrique à 5 g/l.

Dissoudre 0,5 g de nitrate d'argent dans un peu d'eau, ajouter 10 ml d'une solution d'acide nitrique,  $\rho$  1,40 g/ml environ, compléter le volume à 100 ml avec de l'eau et homogénéiser.

## 6 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et

**6.1 Capsule en platine**, à fond plat, de diamètre 75 mm environ et de hauteur 30 mm environ, avec couvercle en platine.

**6.2 Creuset en platine**, de diamètre 30 mm environ et de hauteur 30 mm environ.

**6.3 Etuve électrique**, réglable à  $110 \pm 2^\circ\text{C}$ .

**6.4 Four électrique**, réglable à  $850 \pm 20^\circ\text{C}$ .

## 7 MODE OPÉRATOIRE

**AVERTISSEMENT** — Effectuer l'évaporation de l'acide perchlorique sous une hotte bien ventilée, en l'absence de vapeurs d'ammoniac et de vapeurs nitreuses.

### 7.1 Prise d'essai

Peser, à 0,000 1 g près, dans la capsule en platine (6.1), 1 g environ de l'échantillon pour essai, séché (voir ISO 1619, paragraphe 3.3, ou ISO 2925, paragraphe 2.3).

### 7.2 Dosage

#### 7.2.1 Fusion de la prise d'essai

Ajouter dans la capsule en platine (6.1) contenant la prise d'essai (7.1), 3,75 g du carbonate de sodium (5.1) et 1,25 g de l'acide borique (5.2). Mélanger le tout avec soin et couvrir la capsule avec son couvercle.

Placer la capsule ainsi couverte dans le four électrique (6.4) réglé à  $850 \pm 20^\circ\text{C}$  et la maintenir à cette température durant 30 min environ. Faire en sorte que la capsule n'entre pas en contact direct avec la sole du four, en intercalant un support approprié.

**7.2.2 Préparation de la solution d'essai**

Retirer la capsule du four et la laisser refroidir à l'air. Ajouter 25 ml de la solution d'acide perchlorique (5.3) et 15 ml d'eau, puis, après avoir couvert la capsule avec son couvercle, chauffer jusqu'à dissolution complète. Enlever le couvercle et le rincer soigneusement à l'eau chaude, en recevant les liquides de rinçage dans la capsule même. Évaporer doucement, sur une plaque chauffante, le contenu de la capsule jusqu'à siccité. Laisser refroidir. Ajouter 10 ml de la solution d'acide chlorhydrique (5.4). Chauffer jusqu'à dissolution complète et transvaser quantitativement le contenu de la capsule dans un bécher de 600 ml, en rinçant la capsule à l'eau chaude jusqu'à l'obtention d'un volume de 300 ml environ.

**7.2.3 Précipitation des sulfates**

Porter la solution à l'ébullition, puis ajouter, lentement et en agitant, 20 ml de la solution de chlorure de baryum (5.6) bouillante. Couvrir le bécher d'un verre de montre et laisser décanter le précipité durant 16 h environ à la température ambiante.

**7.2.4 Filtration, calcination et pesée**

Filtrer le précipité décanté sur un filtre en papier, sans cendres, à texture serrée (diamètre des pores compris entre 0,4 et 1 µm environ). Laver le précipité d'abord par décanation, puis l'entraîner sur le filtre et le laver à l'eau bouillante jusqu'à ce que 10 ml du filtrat restent limpides durant 5 min après y avoir ajouté 10 ml de la solution de nitrate d'argent (5.7).

Introduire le filtre et son contenu dans le creuset en platine (6.2) préalablement chauffé dans le four (6.4) à 850 °C environ, refroidi en dessiccateur et pesé. Sécher dans l'étuve électrique (6.3) réglée à 110 ± 2 °C, durant 1 h environ, puis calciner au four électrique (6.4), d'abord modérément pour incinérer le filtre en évitant l'inflammation, puis à 850 ± 20 °C durant 30 min. Laisser refroidir dans un dessiccateur jusqu'à la température ambiante et, si le précipité calciné est blanc, le peser.

Si le précipité calciné a un aspect grisâtre indiquant la présence de carbone graphitique, l'humecter à l'aide de quelques gouttes de la solution d'acide sulfurique (5.5), le reporter au four et calciner de nouveau à 850 ± 20 °C durant 15 min environ. Laisser refroidir dans un dessiccateur jusqu'à la température ambiante et peser.

**7.3 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, mais en omettant la prise d'essai.

**8 EXPRESSION DES RÉSULTATS**

La teneur en sulfates, exprimée en pourcentage en masse de trioxyde de soufre (SO<sub>3</sub>), est donnée par la formule

$$\frac{(m_2 - m_1) \times 100 \times 0,343\ 0}{m_0}$$

$$= \frac{34,30 (m_2 - m_1)}{m_0}$$

où

*m*<sub>0</sub> est la masse, en grammes, de la prise d'essai (7.1);

*m*<sub>1</sub> est la masse, en grammes, du sulfate de baryum, trouvée pour l'essai à blanc (7.3);

*m*<sub>2</sub> est la masse, en grammes, du sulfate de baryum, trouvée pour le dosage (7.2);

0,343 0 est le facteur de conversion du BaSO<sub>4</sub> en SO<sub>3</sub>.

**9 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI**

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 les Normes internationales auxquelles il est fait référence, ou de toutes opérations facultatives.

## ANNEXE

PUBLICATIONS ISO RELATIVES À LA CRYOLITHE, NATURELLE ET ARTIFICIELLE,  
ET AU FLUORURE D'ALUMINIUM À USAGE INDUSTRIEL

## 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 – Essai conventionnel pour l'évaluation de la teneur en fluorures libres.
- 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.

ISO 4280:1977

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1a063f01-011e-4a95-be27-13da14ddce4d/iso-4280-1977>

## FLUORURE D'ALUMINIUM À USAGE INDUSTRIEL

- ISO 2362 – Dosage du fluor – Méthode de Willard-Winter modifiée.
- ISO 2368 – Dosage du fer – Méthode photométrique à la phénanthroline-1,10.
- 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.

Page blanche

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 4280:1977

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1a063f01-011e-4a95-be27-13da14ddce4d/iso-4280-1977>

Page blanche

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 4280:1977

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1a063f01-011e-4a95-be27-13da14ddce4d/iso-4280-1977>

Page blanche

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 4280:1977

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1a063f01-011e-4a95-be27-13da14ddce4d/iso-4280-1977>