

175

# NORME INTERNATIONALE **ISO** 4283



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

## **Spaths fluor pour la fabrication de l'acide fluorhydrique — Dosage des carbonates — Méthode titrimétrique**

*Acid-grade fluorspar — Determination of carbonate content — Titrimetric method*

Première édition — 1978-09-15

CDU 553.634 : 546.264 : 543.24

Réf. n° : ISO 4283-1978 (F)

**Descripteurs** : spath-fluor, analyse chimique, analyse quantitative, dosage, carbonate, méthode volumétrique.

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 4283 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 47, *Chimie*, et a été soumise aux comités membres en juillet 1976.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

Afrique du Sud, Rép. d'	Hongrie	Royaume-Uni
Allemagne	Inde	<del>Suisse</del>
Belgique	Israël	Tchécoslovaquie
Brésil	Italie	Thaïlande
Bulgarie	Mexique	Turquie
Chili	Pays-Bas	Yougoslavie
Espagne	Pologne	
France	Roumanie	

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

Cette Norme internationale a également été approuvée par l'Union internationale de chimie pure et appliquée (IUPAC).

# Spaths fluor pour la fabrication de l'acide fluorhydrique — Dosage des carbonates — Méthode titrimétrique

## 1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme internationale spécifie une méthode titrimétrique de dosage des carbonates dans les spaths fluor pour la fabrication de l'acide fluorhydrique.

La méthode est applicable aux produits dont la teneur en carbonates, exprimés en carbonate de calcium ( $\text{CaCO}_3$ ), est égale ou supérieure à 0,04 % (m/m).

## 2 RÉFÉRENCE

ISO 4282, *Spaths fluor pour la fabrication de l'acide fluorhydrique — Détermination de la perte de masse à 105 °C.*

## 3 ÉCHANTILLON POUR ESSAI

Pour la préparation de l'échantillon pour essai, utiliser le résidu provenant de la détermination de la perte de masse à 105 °C (voir ISO 4282).

## 4 PRINCIPE

Traitement d'une prise d'essai par une solution d'acide chlorhydrique et absorption du dioxyde de carbone dégagé dans une solution d'hydroxyde de baryum. Neutralisation de l'excès d'alcalinité avec une solution d'acide chlorhydrique; ajout d'un excès exactement mesuré d'une solution titrée d'acide chlorhydrique afin de dissoudre le carbonate de baryum précipité, et titrage en retour par une solution titrée d'hydroxyde de sodium, en présence de méthylorange comme indicateur, ou d'un indicateur mixte au méthylorange.

## 5 RÉACTIFS

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente, exempte de dioxyde de carbone.

### 5.1 Butanol-1.

5.2 Azote, exempt de dioxyde de carbone.

5.3 Acide borique.

5.4 Chlorure de baryum dihydraté ( $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ), solution à 122 g/l.

5.5 Acide chlorhydrique,  $\rho$  1,12 g/ml environ, solution à 25 % (m/m) environ, préparée en diluant 3 volumes d'une solution d'acide chlorhydrique,  $\rho$  1,19 g/ml environ, avec 2 volumes d'eau.

5.6 Chlorure de mercure(II), solution saturée.

5.7 Hydroxyde de potassium, solution à 20 % (m/m) environ.

5.8 Acide chlorhydrique, solution à 36,5 g/l environ.

5.9 Hydroxyde de sodium, solution à 40 g/l environ.

5.10 Acide chlorhydrique, solution titrée,  $c(\text{HCl}) = 0,1 \text{ mol/l}^*$ .

5.11 Hydroxyde de sodium, solution titrée,  $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}^*$ .

5.12 Méthylorange, solution à 1 g/l, ou

5.13 Indicateur mixte au méthylorange, solution.

Dissoudre 1 g de méthylorange et 1,4 g de xylène cyanole FF dans 500 ml d'éthanol à 50 % (V/V).

5.14 Phénolphthaléine, solution à 0,25 g/l dans de l'éthanol à 50 % (V/V).

## 6 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et

6.1 Appareil pour le dégagement et l'absorption du gaz (du type représenté à la figure), composé de

6.1.1 Flacon laveur, équipé d'un disque en verre fritté de porosité P1 ou P2, comme représenté à la figure, ou d'un modèle similaire, contenant de la solution d'hydroxyde de potassium (5.7).

6.1.2 Ballon à trois cols, de capacité 500 ml, muni d'un entonnoir à robinet et d'un réfrigérant à reflux à circulation d'eau.

\* Ou 0,1 N suivant l'ancienne nomenclature.

**6.1.3 et 6.1.4 Flacons absorbeurs, type Drechsel.**

**6.2 Étuve électrique, réglable à  $105 \pm 1$  °C.**

**7 MODE OPÉRATOIRE**

**7.1 Prise d'essai**

Dans un mortier en agate, broyer quelques grammes de l'échantillon pour essai (voir chapitre 3) jusqu'à passage total au tamis d'ouverture de maille 63 µm (voir ISO 565). Sécher le produit tamisé durant 2 h dans l'étuve (6.2) réglée à  $105 \pm 1$  °C, laisser refroidir en dessiccateur et peser, à 0,001 g près, 5 g environ de cet échantillon.

NOTE — Il est essentiel que la quantité totale de dioxyde de carbone, exprimée en carbonate de calcium, dans la prise d'essai, ne dépasse pas 100 mg. Pour des échantillons contenant plus de 2 % (*m/m*) de CaCO<sub>3</sub>, la masse de la prise d'essai doit être, par conséquent, proportionnellement réduite.

**7.2 Essai à blanc**

Effectuer, parallèlement au dosage et en suivant le même mode opératoire, un essai à blanc en employant les mêmes réactifs que ceux utilisés pour le dosage, mais en omettant la prise d'essai.

**7.3 Dosage**

Transférer la prise d'essai (7.1) dans le ballon (6.1.2), en utilisant 100 ml environ d'eau. Ajouter 4 g de l'acide borique (5.3) et 5 ml de la solution de chlorure de mercure(II) (5.6). Fermer les cols du ballon et faire passer un courant de l'azote (5.2) dans le ballon, à un débit de 50 ml/min, durant 10 min.

Sans interrompre le passage de l'azote, relier les flacons absorbeurs (6.1.3 et 6.1.4) contenant chacun 10 ml de la solution d'hydroxyde de sodium (5.9), 10 ml de la solution de chlorure de baryum (5.4), 1 ml de la solution de phénolphtaléine (5.14), 1 ml du butanol-1 (5.1) et 20 ml d'eau. Introduire, dans le ballon, 30 ml de la solution d'acide chlorhydrique (5.5) par l'entonnoir à robinet, en utilisant, si nécessaire, une poire en caoutchouc. Fermer le robinet de l'entonnoir.

Chauffer doucement le ballon et maintenir son contenu à douce ébullition durant 45 min. Arrêter le chauffage et laisser refroidir durant 10 min sans interrompre le passage de l'azote.

Débrancher le deuxième flacon absorbeur (6.1.4) de l'appareil (6.1), enlever et rincer le tube d'admission en recueillant les eaux de rinçage dans le flacon. Titrer le contenu du flacon avec la solution d'acide chlorhydrique (5.8) jusqu'à l'approche du point final.

NOTE — Pour éviter l'absorption du dioxyde de carbone atmosphérique pendant le titrage de l'excès d'hydroxyde de sodium dans la solution d'absorption, faire passer un courant de l'azote (5.2) à travers l'espace libre au-dessus de la solution dans le flacon absorbeur.

Poursuivre le titrage avec la solution d'acide chlorhydrique (5.10) jusqu'à décoloration complète de la phénolphtaléine, en prenant soin de ne pas dépasser le point final.

Ajouter un volume exactement mesuré de la solution titrée d'acide chlorhydrique (5.10) jusqu'à dissolution complète du précipité. Plonger le tube d'admission dans la solution en vue de dissoudre le carbonate de baryum y adhérent, l'enlever et le rincer de nouveau. Ajouter quelques gouttes de la solution de méthylorange (5.12) ou de la solution d'indicateur mixte au méthylorange (5.13), et titrer en retour l'excès d'acide chlorhydrique avec la solution titrée d'hydroxyde de sodium (5.11).

Neutraliser et titrer le contenu du premier flacon absorbeur (6.1.3) en procédant de la même manière.

**8 EXPRESSION DES RÉSULTATS**

La teneur en carbonates, exprimée en pourcentage en masse de carbonate de calcium (CaCO<sub>3</sub>), est donnée par la formule

$$\frac{[(V_1 - V_2) - (V_3 - V_4)] \times 0,500 5}{m}$$

où

$V_1$  est le volume, en millilitres, de la solution titrée d'acide chlorhydrique (5.10), utilisé pour la dissolution du carbonate de baryum dans les deux flacons absorbeurs;

$V_2$  est le volume, en millilitres, de la solution titrée d'hydroxyde de sodium (5.11), utilisé pour le titrage en retour de l'excès d'acide chlorhydrique dans les deux flacons absorbeurs;

$V_3$  et  $V_4$  sont les volumes, en millilitres, respectifs de la solution titrée d'acide chlorhydrique (5.10) et de la solution d'hydroxyde de sodium (5.11), utilisés pour l'essai à blanc;

$m$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai (7.1).

NOTE — Si les solutions titrées employées n'ont pas exactement la concentration prévue dans la liste des réactifs, des corrections appropriées doivent être appliquées.

**9 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI**

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

- a) identification de l'échantillon;
- b) référence de la méthode utilisée;
- c) résultats, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;
- d) compte rendu de tous détails particuliers éventuels relevés au cours de l'essai;
- e) 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.

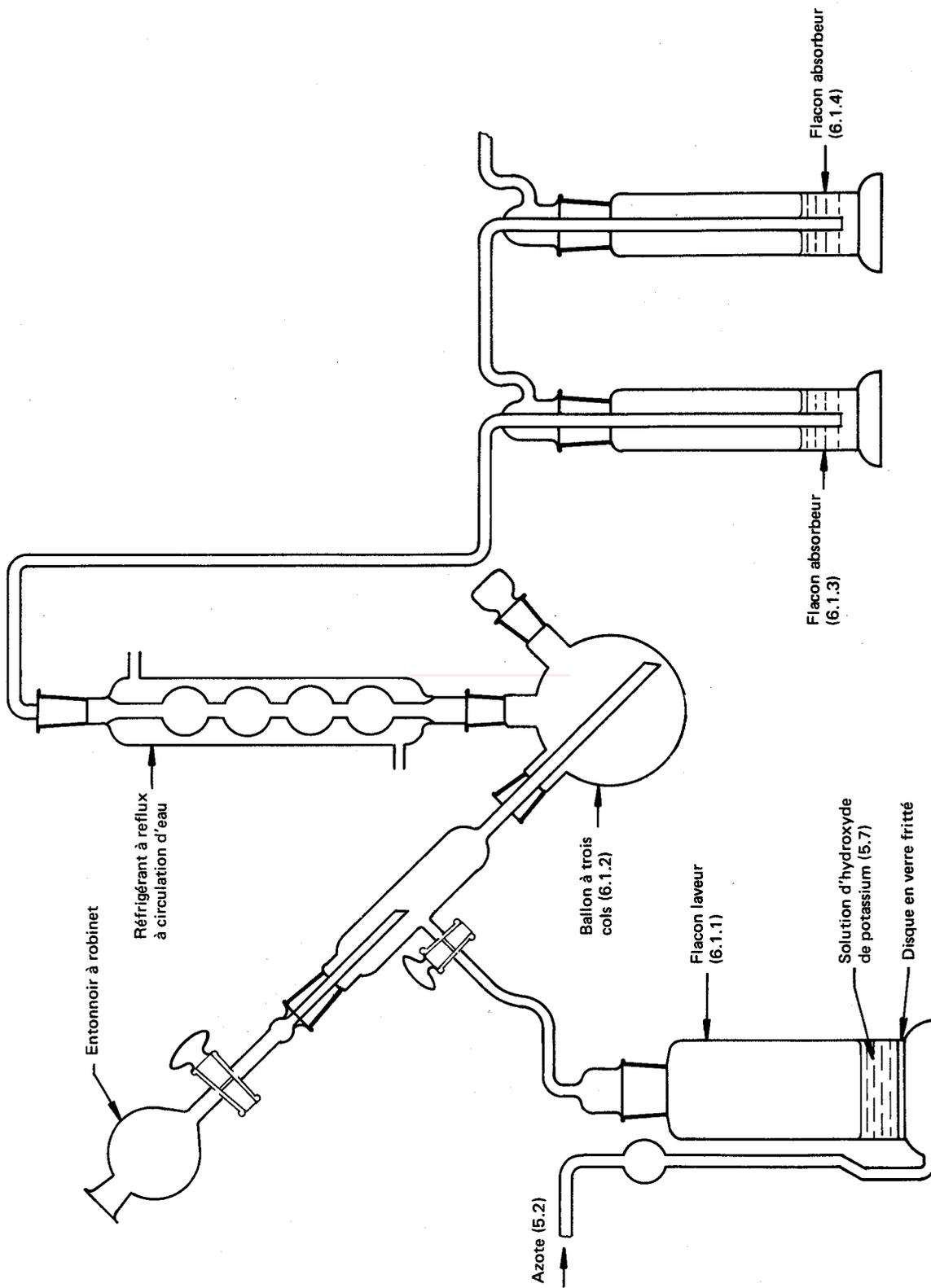


FIGURE — Appareil type pour le dégagement et l'absorption du gaz

ANNEXE

PUBLICATIONS ISO RELATIVES AUX SPATHS FLUOR POUR LA FABRICATION DE L'ACIDE FLUORHYDRIQUE

ISO 3703 — Détermination des agents de flottation.

ISO 4282 — Détermination de la perte de masse à 105 °C.

ISO 4283 — Dosage des carbonates — Méthode titrimétrique.

ISO 4284 — Dosage des sulfures — Méthode iodométrique.

ISO 5437 — Dosage du sulfate de baryum — Méthode gravimétrique.

ISO 5438 — Dosage de la silice — Méthode photométrique au molybdosilicate réduit.

ISO 5439 — Dosage du fluor utilisable — Méthode potentiométrique après distillation.

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

ISO 4283:1978

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5fe52143-e4f2-4754-a939-f2771736bfd/iso-4283-1978>