

NORME  
INTERNATIONALE

ISO  
4283

Troisième édition  
1993-01-15

---

---

**Tous les spaths fluor — Dosage des  
carbonates — Méthode titrimétrique**

iTeh **STANDARD PREVIEW**  
*All grades of fluorspar — Determination of carbonate content —  
Titrimetric method*  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO 4283:1993](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/948d2c4a-41aa-451e-a1a7-92b0a8250a94/iso-4283-1993>

INCUBIME

ISO



Numéro de référence  
ISO 4283:1993(F)

## 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 en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 4283 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 175, *Spath fluor*.

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 4283:1990), dont elle constitue une mise à jour.

L'annexe A de la présente Norme internationale est donnée uniquement à titre d'information.

© ISO 1993

Droits de reproduction réservés. Aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

Organisation internationale de normalisation  
Case Postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse

Imprimé en Suisse

# Tous les spaths fluor — Dosage des carbonates — Méthode titrimétrique

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode titrimétrique pour le dosage des carbonates dans tous les spaths fluor.

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 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 565:1990, *Tamis de contrôle — Tissus métalliques, tôles métalliques perforées et feuilles électroformées — Dimensions nominales des ouvertures.*

ISO 4793:1980, *Filtres frittés de laboratoire — Échelle de porosité — Classification et désignation.*

ISO 8868:1989, *Spaths fluor — Échantillonnage et préparation des échantillons.*

## 3 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.

## 4 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.

### 4.1 Butanol-1.

4.2 Azote, exempt de dioxyde de carbone.

### 4.3 Acide borique.

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

4.5 Acide chlorhydrique,  $\rho$  1,12 g/ml environ, solution à 25 % (m/m) environ.

Diluer 3 volumes d'acide chlorhydrique concentré ( $\rho$  1,19 g/ml environ), avec 2 volumes d'eau.

**4.6 Pierre ponce**, imprégnée de sulfate de cuivre(II).

Mélanger des grains de pierre ponce avec une solution saturée de sulfate de cuivre(II). Laisser reposer durant 1 h et filtrer les grains de la pierre ponce. Sécher ces grains dans l'étuve (5.3) réglée à 150 °C – 180 °C.

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

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

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

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

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

**4.12 Méthylorange**, solution d'indicateur à 1 g/l, ou

**4.13 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).

**4.14 Phénolphtaléine**, solution à 0,25 g/l dans de l'éthanol à 50 % (V/V).

**5 Appareillage**

Matériel courant de laboratoire, et

**5.1 Appareil pour le dégagement et l'absorption du gaz** (du type représenté à la figure 1), comprenant les éléments suivants.

**5.1.1 Flacon laveur**, équipé d'un disque en verre fritté de porosité P 1,6 (voir ISO 4793), comme représenté à la figure 1, ou d'un modèle similaire, contenant de la solution d'hydroxyde de potassium (4.7).

**5.1.2 Ballon à trois cols**, de capacité 500 ml, muni d'une ampoule à introduire et d'un réfrigérant à reflux à circulation d'eau.

**5.1.3 Tube absorbeur en U** (non représenté à la figure 1), contenant une quantité convenable de la pierre ponce imprégnée de sulfate de cuivre(II) (4.6), normalement 8 g environ.

NOTE 1 Un appauvrissement du pouvoir absorbant de la pierre ponce imprégnée peut être détecté assez facilement par le changement de couleur de la pierre ponce d'une couleur grisâtre-bleue à noire. Le tube est complètement

efficace tant qu'une petite zone du matériau d'absorption actif est visible.

**5.1.4 Deux flacons absorbeurs**, type Durand.

**5.2 Étuve électrique**, réglable à 105 °C ± 2 °C.

**5.3 Étuve**, réglable à 150 °C – 180 °C.

**6 Échantillon pour essai**

Préparer l'échantillon pour essai conformément au mode opératoire prescrit dans l'ISO 8868:1989, paragraphe 9.3.

**7 Mode opératoire**

**7.1 Prise d'essai**

Broyer, dans un mortier en agate, quelques grammes de l'échantillon pour essai (article 6) jusqu'à passage au tamis d'ouverture de maille 63 µm (voir ISO 565). Sécher le produit tamisé durant 2 h dans l'étuve (5.2) réglée à 105 °C ± 2 °C, laisser refroidir dans un dessiccateur et peser, à 1 mg près, 5 g environ de cet échantillon.

Il est essentiel que la quantité totale de dioxyde de carbone, exprimé en CaCO<sub>3</sub>, 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 quantitativement la prise d'essai (7.1) dans le ballon (5.1.2), en utilisant 100 ml environ d'eau. Ajouter 4 g de l'acide borique (4.3). Fermer les cols du ballon et faire passer un courant de l'azote (4.2) dans le ballon, par l'intermédiaire du flacon laveur (5.1.1), à un débit de 50 ml/min, durant 10 min.

Sans interrompre le passage de l'azote, relier le tube absorbeur en U (5.1.3), et les flacons absorbeurs (5.1.4) contenant chacun 10 ml de la solution d'hydroxyde de sodium (4.9), 10 ml de la solution de chlorure de baryum (4.4), 1 ml de la solution de phénolphthaléine (4.14), 1 ml du butanol-1 (4.1) et 20 ml d'eau. Introduire, dans le ballon, 30 ml de la solution

d'acide chlorhydrique (4.5) par l'ampoule à introduire, en utilisant, si nécessaire, une poire en caoutchouc. Fermer le robinet de l'ampoule.

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 (voir figure 1) de l'appareil (5.1), enlever et rincer le tube d'admission en recueillant les eaux de rinçage dans le flacon absorbeur. Titrer le contenu du flacon absorbeur avec la solution d'acide chlorhydrique (4.8) jusqu'à l'approche du point de fin de titrage, en évitant l'absorption du dioxyde de carbone atmosphérique pendant le titrage de l'excès d'hydroxyde de sodium dans la solution d'absorption; pour cela, faire passer un courant de l'azote (4.2) à travers l'espace libre au-dessus de la solution dans le flacon absorbeur.

Poursuivre le titrage avec la solution titrée d'acide chlorhydrique (4.10) jusqu'à décoloration complète de la phénolphtaléine, en prenant soin de ne pas dépasser le point de fin de titrage.

Ajouter un volume exactement mesuré de la solution titrée d'acide chlorhydrique (4.10) 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 à nouveau. Ajouter quelques gouttes de la solution de méthylorange (4.12) ou de la solution d'indicateur mixte au méthylorange (4.13), et titrer en retour l'excès d'acide chlorhydrique avec la solution titrée d'hydroxyde de sodium (4.11).

Neutraliser et titrer le contenu du premier flacon absorbeur (voir figure 1) en procédant de la même manière.

## 8 Expression des résultats

La teneur en carbonates, exprimée en pourcentage en masse de  $\text{CaCO}_3$ , est donnée par la formule

$$\frac{[(V_1c_1 - V_2c_2) - (V_3c_1 - V_4c_2)] \times 0,050\ 05 \times 100}{m}$$

où

$V_1$  est le volume, en millilitres, de la solution titrée d'acide chlorhydrique (4.10), 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 (4.11), 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 (4.10) et de la solution titrée d'hydroxyde de sodium (4.11), utilisés pour l'essai à blanc (7.2);

$c_1$  est la concentration réelle, exprimée en moles de HCl par litre, de la solution titrée d'acide chlorhydrique (4.10) utilisée;

$c_2$  est la concentration réelle, exprimée en moles de NaOH par litre, de la solution titrée d'hydroxyde de sodium (4.11) utilisée;

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

0,050 05 est la masse, en grammes, de carbonate de calcium correspondant à 1,00 ml de solution d'acide chlorhydrique,  $c(\text{HCl}) = 1,000 \text{ mol/l}$ .

NOTE 2 Des exemples de valeurs de teneurs en carbonates de calcium obtenues sur des spaths fluor de référence certifiés sont donnés dans l'annexe A.

## 9 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

- tous renseignements nécessaires à l'identification de l'échantillon;
- référence de la méthode utilisée (référence à la présente Norme internationale);
- 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 les Normes internationales auxquelles il est fait référence, ou de toutes opérations facultatives.

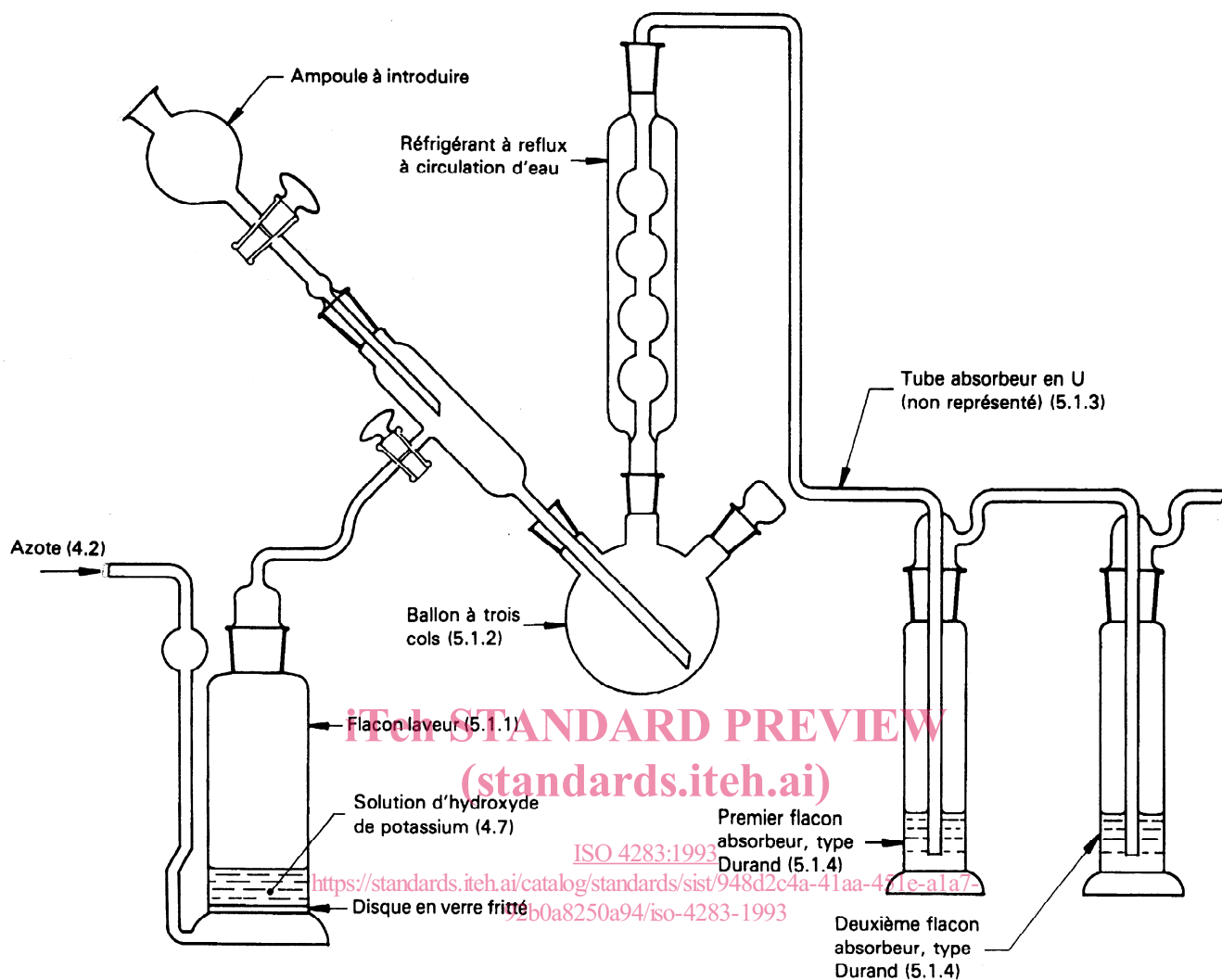


Figure 1 — Appareil type pour le dégagement et l'absorption du gaz

## Annexe A (informative)

### Exemples de résultats d'essais

Des valeurs de teneurs en carbonates de spaths fluor pour la fabrication de l'acide fluorhydrique, obtenues à l'issue d'essais sur des matériaux de référence certifiés (SARM 14 et SARM 15), sont données à titre d'exemples dans le tableau A.1.

**Tableau A.1 — Exemples de résultats d'essais sur  
matériaux de référence certifiés**

Échantillon	Valeur certifiée	Résultats obtenus conformément à la présente Norme internationale
SARM 14	0,34	0,32; 0,30
SARM 15	1,60	1,58; 1,51; 1,57

$\text{CaCO}_3$  [% (m/m)]

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

[ISO 4283:1993](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/948d2c4a-41aa-451e-a1a7-92b0a8250a94/iso-4283-1993)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/948d2c4a-41aa-451e-a1a7-92b0a8250a94/iso-4283-1993>

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

ISO 4283:1993

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/948d2c4a-41aa-451e-a1a7-92b0a8250a94/iso-4283-1993>

---

---

**CDU 553.634.12:543.24:546.264**

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

Prix basé sur 5 pages

---

---