

NORME INTERNATIONALE

ISO
4284

Deuxième édition
1988-12-01



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

Spaths fluor pour la fabrication de l'acide fluorhydrique et spaths fluor utilisables dans l'industrie céramique — Dosage des sulfures — Méthode iodométrique

Acid-grade and ceramic-grade fluorspar — Determination of sulfide content — Iodometric method

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 approbation, avant leur acceptation comme Normes internationales par le Conseil de l'ISO. Les Normes internationales sont approuvées conformément aux procédures de l'ISO qui requièrent l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 4284 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 175, *Spath fluor*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 4284 : 1978), dont elle constitue une révision mineure: le domaine d'application a été étendu aux spaths fluor utilisables dans l'industrie céramique; en outre, une annexe donnant des exemples de résultats d'essais comparatifs a été ajoutée.

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

Spaths fluor pour la fabrication de l'acide fluorhydrique et spaths fluor utilisables dans l'industrie céramique — Dosage des sulfures — Méthode iodométrique

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode iodométrique pour le dosage des sulfures dans les spaths fluor pour la fabrication de l'acide fluorhydrique et les spaths fluor utilisables dans l'industrie céramique.

La méthode est applicable aux produits dont la teneur en sulfure, exprimée en S, est égale ou supérieure à 0,001 % (*m/m*).

NOTE — Les spaths fluor pour la fabrication de l'acide fluorhydrique et les spaths fluor utilisables dans l'industrie céramique ne contiennent généralement pas de polysulfures. La méthode n'est pas applicable si l'on soupçonne leur présence.

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 : 1983, *Tamis de contrôle — Tissus métalliques, tôles perforées et feuilles électroformées — Dimensions nominales des ouvertures.*

ISO 4282 : 1977, *Spaths fluor pour la fabrication de l'acide fluorhydrique — Détermination de la perte de masse à 105 °C.*

3 Principe

Digestion d'une prise d'essai, dans un appareil scellé, par un mélange de solutions d'acide chlorhydrique, de chlorure d'étain(II) et d'acide borique. Absorption du sulfure d'hydrogène libéré, entraîné par un courant d'argon ou d'azote exempt d'oxygène, dans une solution d'acétate de zinc et dosage iodométrique du sulfure de zinc formé.

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.

4.1 Acide borique.

4.2 Azote, ou argon, exempt d'oxygène.

NOTE — Si l'on soupçonne la présence d'oxygène, faire passer le gaz à travers un flacon laveur contenant une solution alcaline de pyrogallol.

4.3 Acide chlorhydrique, solution.

Diluer 1 volume d'acide chlorhydrique, ρ 1,18 g/ml environ, avec 2 volumes d'eau.

4.4 Chlorure d'étain(II), solution à 200 g/l.

Dissoudre 200 g de chlorure d'étain(II) dihydraté ($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) dans 300 ml d'acide chlorhydrique, ρ 1,18 g/ml environ, et diluer à 1 000 ml avec de l'eau.

4.5 Acétate de zinc, solution à 30 g/l.

Dissoudre 30 g d'acétate de zinc dihydraté plus 6 ml d'acide acétique cristallisable dans 1 000 ml d'eau.

4.6 Iode, solution titrée, $c(1/2 \text{I}_2) = 0,005 \text{ mol/l}$.

Il est essentiel que cette solution soit fraîchement préparée par dilution d'une solution titrée d'iode, $c(1/2 \text{I}_2) = 0,05 \text{ mol/l}$.

4.7 Thiosulfate de sodium, solution titrée, $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,01 \text{ mol/l}$.

Il est essentiel que cette solution soit fraîchement préparée par dilution d'une solution titrée de thiosulfate de sodium, $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,10 \text{ mol/l}$.

4.8 Amidon, solution.

Triturer 1 g d'amidon soluble dans 10 ml environ d'eau et ajouter lentement la suspension à 200 ml d'eau bouillante. Poursuivre l'ébullition durant 1 min. Laisser refroidir et filtrer dans un flacon muni d'un bouchon en verre.

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Appareil pour le dégagement et l'absorption du gaz, comprenant les éléments suivants.

5.1.1 Flacon laveur.

5.1.2 Ballon fond plat, muni d'un entonnoir à robinet et d'un réfrigérant à reflux à circulation d'eau.

NOTE — Un appareil type est représenté à la figure 1.

5.2 Étuve électrique, réglable à $105\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$.

6 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).

NOTE — L'ISO 4282 est applicable aux spaths fluor pour la fabrication de l'acide fluorhydrique et aux spaths fluor utilisables dans l'industrie céramique.

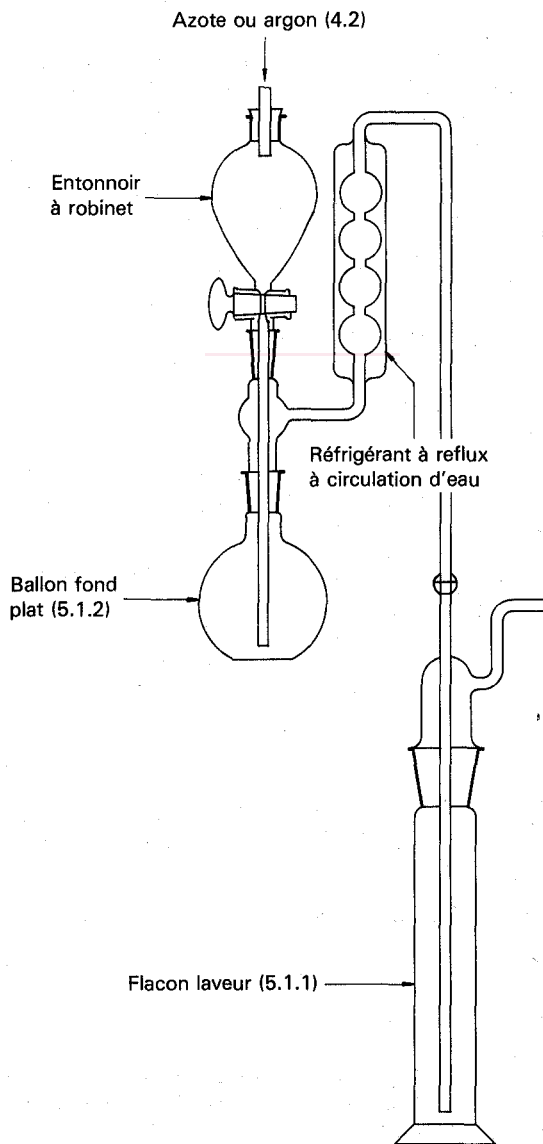


Figure 1 — Appareil type pour le dégagement et l'absorption du gaz

7 Mode opératoire

7.1 Prise d'essai

Dans un mortier en agate, broyer quelques grammes de l'échantillon pour essai (article 6) 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 (5.2) réglée à $105\text{ }^\circ\text{C} \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$.
 laisser refroidir en dessiccateur, peser, à 1 mg près, 3 g environ ~~de l'échantillon~~. En

NOTE — Il y a lieu que la quantité totale de sulfures, exprimée en S, dans la prise d'essai ne dépasse pas 0,8 mg environ. Dans le cas d'échantillons contenant plus de 0,03 % (*m/m*) environ de soufre, il convient de réduire proportionnellement la masse de la prise d'essai.

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

Introduire 50 ml de la solution d'acétate de zinc (4.5) dans le flacon laveur (5.1.1). Introduire la prise d'essai (7.1) dans le ballon (5.1.2), ajouter 3 g de l'acide borique (4.1) et assembler l'appareil (5.1).

Ajouter un mélange formé par 50 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.3) et 10 ml de la solution de chlorure d'étain(II) (4.4), par l'entonnoir à robinet. Fermer le col de l'entonnoir à robinet avec un bouchon à un trou équipé d'un morceau de tube en verre, et faire passer un courant de l'azote ou de l'argon (4.2) dans l'appareil, à un débit de 50 ml/min, durant 15 min.

Faire bouillir doucement le contenu du ballon durant 1 h sans interrompre le passage du gaz, puis débrancher le flacon laveur de l'appareil.

Enlever le tube d'admission du gaz du flacon laveur et introduire rapidement, dans ce dernier, 10,0 ml de la solution d'iode (4.6) et 8 à 10 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.3). Plonger le tube d'admission du gaz immédiatement dans le flacon laveur, sceller l'admission et la sortie du flacon laveur, et laisser reposer durant 10 min environ. Enlever ensuite les sceaux et rincer le tube d'admission du gaz avec soin, en recueillant les eaux de rinçage dans le flacon. Veiller, avec précaution, à ce que tout le sulfure de zinc adhérent au tube d'admission ait été complètement dissous.

Titrer en retour l'iode n'ayant pas réagi avec la solution de thio-sulfate de sodium (4.7). Ajouter 1 ml de la solution d'amidon (4.8) juste avant la fin du titrage.

8 Expression des résultats

La teneur en sulfures, exprimée en pourcentage en masse de S, est donnée par la formule

$$\frac{(10,0 - V_1) - (10,0 - V_0)}{m} \times 100 \times 0,000\ 16$$

$$= \frac{V_0 - V_1}{m} \times 0,016$$

où

V_0 est le volume, en millilitres, de la solution de thiosulfate de sodium (4.7), utilisé pour l'essai à blanc;

V_1 est le volume, en millilitres, de la solution de thiosulfate de sodium (4.7), utilisé pour le dosage;

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

10,0 est le volume, en millilitres, de la solution d'iode (4.6), introduit dans le flacon laveur;

0,000 16 est la masse, en grammes, de soufre correspondant à 1,00 ml d'une solution de thiosulfate de sodium, $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,010\text{ mol/l}$.

NOTE — Si les solutions titrées employées n'ont pas exactement la concentration prévue dans la liste des réactifs, il convient d'appliquer des corrections appropriées.

Voir annexe A pour des exemples de résultats d'essais comparatifs.

9 Rapport d'essai

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

Annexe A (informative)

Résultats d'essais comparatifs

Les résultats énumérés dans le tableau A.1 ont été obtenus par le comité membre de l'Allemagne, R.F., avec des essais comparatifs.

Tableau A.1 — Exemples de teneurs en sulfures

Valeurs en pourcentage en masse de S

| Échantillon | Résultats obtenus conformément à la méthode prescrite dans l'ISO 4284 : 1978 | Résultats obtenus conformément à la méthode prescrite dans l'ISO 4284 : 1988 |
|--------------|--|--|
| SARM 14 | 0,000 5; 0,000 5 | 0,000 5; 0,000 5 |
| SARM 15 | 0,004 7; 0,004 9; 0,005 0 | 0,004 9; 0,004 9; 0,005 1 |
| Chargement A | 0,044 | 0,044; 0,043 |
| Chargement B | 0,036 | 0,038; 0,037 |
| Chargement C | 0,028 | 0,027; 0,028 |
| Chargement D | 0,13 | 0,12; 0,13 |

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4284:1988

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fedc8b10-3c3e-47a6-9795-db18453d4250/iso-4284-1988>