

NORME  
INTERNATIONALE

ISO  
4284

Troisième édition  
1993-01-15

---

---

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

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

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

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5d160725-69ac-42d4-b6c4-  
ed2bd96cb43d/iso-4284-1993](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5d160725-69ac-42d4-b6c4-ed2bd96cb43d/iso-4284-1993)

INCUBING

ISO



Numéro de référence  
ISO 4284:1993(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 4284 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 175, *Spath fluor*.

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 4284:1988), 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

# 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 sulfures, exprimés en soufre (S), est égale ou supérieure à 0,001 % (m/m).

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

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

## 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.

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 ( $\rho$  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 ( $\rho$  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 [ $(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Zn} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ] dans de l'eau acidifiée par 6 ml

d'acide acétique cristallisable et diluer à 1 000 ml avec de l'eau.

**4.6 Iode**, solution titrée,  $c(0,5 I_2) = 0,005 \text{ mol/l}$ .

Il est essentiel que cette solution soit fraîchement préparée par dilution d'une solution titrée d'iode,  $c(0,5 I_2) = 0,05 \text{ mol/l}$ .

**4.7 Thiosulfate de sodium**, solution titrée,  $c(Na_2S_2O_3) = 0,01 \text{ mol/l}$ .

Il est essentiel que cette solution soit fraîchement préparée par dilution d'une solution titrée de thiosulfate de sodium,  $c(Na_2S_2O_3) = 0,10 \text{ mol/l}$ .

**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** (du type représenté à la figure 1), comprenant les éléments suivants.

**5.1.1 Flacon laveur.**

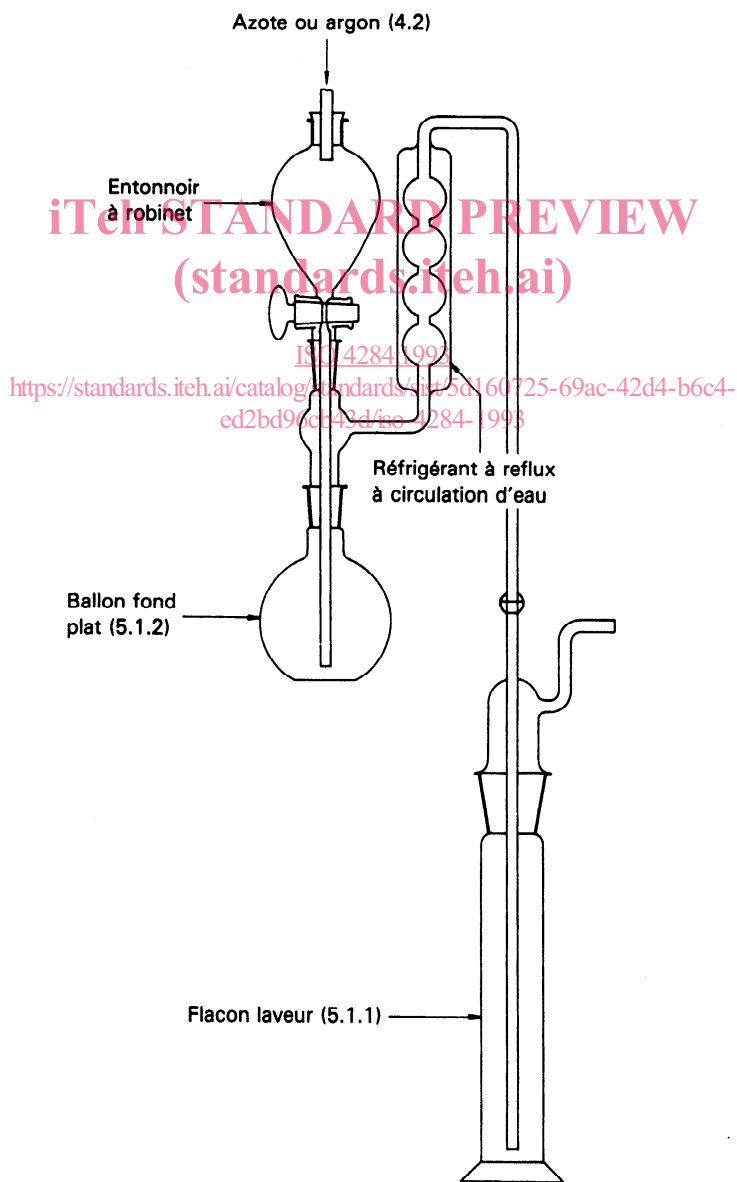


Figure 1 — Appareil type pour le dégagement et l'absorption du gaz

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

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

## 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  $63\text{ }\mu\text{m}$  (voir ISO 565). Sécher le produit tamisé durant 2 h dans l'étuve (5.2) réglée à  $105\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ , laisser refroidir dans un dessiccateur et peser, à 1 mg près, 3 g environ de cet échantillon.

Il est essentiel que la quantité totale de sulfures, exprimés en S, dans la prise d'essai ne dépasse pas 0,8 mg. Pour des échantillons contenant plus de 0,03 % (m/m) de S, 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

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 thiosulfate 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

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

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

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 de solution de thiosulfate de sodium,  $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,010\text{ mol/l}$ .

Si les solutions titrées employées n'ont pas exactement les concentrations prévues dans la liste des réactifs, des corrections appropriées doivent être appliquées.

NOTE 1 Des exemples de valeurs de teneurs en sulfures obtenues avec les méthodes prescrites dans les première et deuxième éditions de la présente Norme internationale sont donnés dans l'annexe A.

## 9 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

- a) tous renseignements nécessaires à l'identification de l'échantillon;
- b) référence de la méthode utilisée (référence à la présente Norme internationale);
- 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.

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

ISO 4284:1993

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5d160725-69ac-42d4-b6c4-ed2bd96cb43d/iso-4284-1993>

## 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 avec des essais comparatifs.

**Tableau A.1 — Exemples de teneurs en sulfures**

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

[ISO 4284:1993](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5d160725-69ac-42d4-b6c4-ed2bd96cb43d/iso-4284-1993)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5d160725-69ac-42d4-b6c4-ed2bd96cb43d/iso-4284-1993>

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

ISO 4284:1993

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5d160725-69ac-42d4-b6c4-ed2bd96cb43d/iso-4284-1993>

---

---

**CDU 553.634.12:543.242.3:546.221**

**Descripteurs:** minéral, spath fluor, analyse chimique, dosage, sulfure, méthode iodométrique.

Prix basé sur 4 pages

---

---