NORME INTERNATIONALE ISO 5938-1979 (F)

FICHE D'AMENDEMENT
Publié 1980-03-01

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

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Cryolithe, naturelle et artificielle, et fluorure d'aluminium à usage industriel — Dosage du soufre — Méthode par spectrométrie de fluorescence X

ISO 5938:1979
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/efbb8cde-ce8b-4fee-b25d-5d0f29b1a9fc/iso-5938-1979

AMENDEMENT

MODIFICATION À L'AVANT-PROPOS *(Page de couverture intérieure)*

Le comité membre du Royaume-Uni vient de retirer sa désapprobation concernant la présente Norme internationale. En conséquence, le Royaume-Uni doit figurer dans la liste des pays dont les comités membres ont approuvé le document.

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 5938:1979
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/efbb8cde-ce8b-4fee-b25d-5d0f29b1a9fc/iso-5938-1979

Norme internationale ISO 5938

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

Cryolithe, naturelle et artificielle, et fluorure d'aluminium à usage industriel — Dosage du soufre — Méthode par spectrométrie de fluorescence X

Cryolite, natural and artificial, and aluminium fluoride for industrial use — Determination of sulphur content — X-ray fluorescence spectrometric method

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Première édition — 1979-07-15

ISO 5938:1979
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/efbb8cde-ce8b-4fee-b25d-5d0f29b1a9fc/iso-5938-1979

CDU 553.634 + 661.862.36 : 543.845 **Réf. nº : ISO 5938-1979 (F)**

Descripteurs : cryolithe, fluorure d'aluminium, analyse chimique, dosage, soufre, analyse aux rayons X, méthode spectrophotométrique, spectrométrie de fluorescence atomique.

Prix basé sur 4 pages

ISO 5938-1979 (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 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.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

La Norme internationale ISO 5938 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 47, *Chimie*, et a été soumise aux comités membres en septembre 1977.

ISO 5938:1979
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/efbb8cde-ce8b-4fee-b25d-5d0f29b[illegible]5938-1979

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

Afrique du Sud, Rép.de	Hongrie	Roumanie
Allemagne, R. F.	Inde	Suède
Autriche	Israël	Suisse
Belgique	Italie	Tchécoslovaquie
Brésil	Kenya	Turquie
Bulgarie	Nouvelle-Zélande	URSS
Égypte, Rép. arabe d'	Pays-Bas	USA
France	Portugal	Yougoslavie

Le comité membre du pays suivant l'a désapprouvée pour des raisons techniques :

Royaume-Uni

© Organisation internationale de normalisation, 1979 ●

Imprimé en Suisse

Cryolithe, naturelle et artificielle, et fluorure d'aluminium à usage industriel — Dosage du soufre — Méthode par spectrométrie de fluorescence X

1 Objet

La présente Norme internationale spécifie une méthode par spectrométrie de fluorescence X, pour le dosage du soufre 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 soufre, exprimé en SO_4^{2-}, est comprise entre 0,01 et 2 % (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.*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 5938:1979
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4fb8d0ce-e8b4-4b2a-b25b-5a8a21a9fc/iso-5938-1979

4 Principe

Préparation de pastilles à partir d'un mélange formé d'une prise d'essai et d'un liant. Mesurage de l'intensité de la raie K_α émise par le soufre à une longueur d'onde de 0,537 3 nm, au moyen d'un spectromètre pour fluorescence X sous vide, muni d'un tube à anticathode au rhodium, au chrome ou au tungstène.

Comparaison de l'intensité mesurée avec l'intensité d'émission de pastilles étalons de teneurs connues en SO_4^{2-}.

5 Réactifs

Au cours de l'analyse, sauf indications différentes, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

5.1 Liant

Cellulose cristalline pour chromatographie ou autre liant équivalent.

5.2 Fluorure d'aluminium

Utiliser :

a) du fluorure d'aluminium très pur (96,4 %) contenant uniquement des traces de SO_4^{2-}; ou

b) du sublimé obtenu par sublimation de fluorure d'aluminium technique dans le four électrique (6.4) réglé à 860 ± 20 °C, sous un vide de 0,01 à 0,1 Pa*.

5.3 Fluorure de sodium, préparé par calcination à 600 °C environ du fluorure de sodium obtenu par cristallisation d'une solution aqueuse.

5.4 Cryolithe, préparée par fusion, dans le creuset en nickel (6.1), d'un mélange stœchiométrique formé du fluorure d'aluminium (5.2) et du fluorure de sodium (5.3), dans le four électrique (6.3) réglé à 1 000 ± 20 °C durant 2 h.

Afin d'éviter l'évaporation des fluorures pendant la fusion, placer le creuset en nickel dans le récipient en fer (6.2) et fermer hermétiquement celui-ci avec son couvercle.

5.5 Acétone

5.6 Sulfate de sodium, anhydre.

5.7 Sulfate de sodium, solution étalon correspondant à 20,0 g de Na_2SO_4 par litre.

Peser, à 0,000 1 g près, 20,0 g du sulfate de sodium anhydre (5.5) et les dissoudre dans de l'eau. Transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 20,0 mg de Na_2SO_4, correspondant à 0,013 52 g de SO_4^{2-}.

5.8 Sulfate de sodium, solution étalon correspondant à 100,0 g de Na_2SO_4 par litre.

* 1 Pa = 1 N/m^2 = 10 µbar;

133 Pa ≈ 1 torr

Peser, à 0,001 g près, 100,0 g du sulfate de sodium anhydre (5.5) et les dissoudre dans de l'eau. Transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 100,0 mg de Na_2SO_4, correspondant à 0,067 6 g de SO_4^{2-}.

6 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

6.1 Creuset en nickel.

6.2 Récipient en fer, muni d'un couvercle fileté avec lequel il peut être hermétiquement fermé, et pouvant contenir le creuset (6.1).

6.3 Four électrique, réglable à 1 000 ± 20 °C.

6.4 Four électrique, sous vide réglable à 860 ± 20 °C.

6.5 Mélangeur de laboratoire.

6.6 Broyeur, pouvant assurer le broyage des poudres utilisées pour la préparation des pastilles étalons à une granulométrie inférieure à 20 µm.

6.7 Presse, pour la préparation de pastilles d'épaisseur 8 mm au moins et de diamètre 40 mm.

6.8 Étuve électrique, réglable à 110 ± 5 °C.

6.9 Spectromètre pour fluorescence X sous vide, muni d'un tube à anticathode au rhodium, au chrome ou au tungstène, d'un analyseur à cristal de chlorure de sodium ou de pentaérythrite, d'un analyseur physique de la hauteur des impulsions et d'un détecteur proportionnel à flux de gaz.

7 Mode opératoire

7.1 Prise d'essai

Peser, à 0,10 g près, 15 g de l'échantillon pour essai séché, préparé suivant l'ISO 1619 pour la cryolithe, ou suivant l'ISO 2925 pour le fluorure d'aluminium.

7.2 Broyage et pastillage

Mélanger soigneusement le liant (5.1) à la prise d'essai (7.1) dans la proportion de 1,5 g de liant pour 5 g de cryolithe ou de fluorure d'aluminium, en utilisant le mélangeur (6.5), de façon à obtenir un mélange homogène. Ajouter de 10 à 15 gouttes de l'acétone (5.5) afin d'éviter le compactage du produit, et broyer durant 1 min dans le broyeur (6.6). Pastiller ensuite la poudre à la presse (6.7) durant 15 s à 250 MPa.*

7.3 Étalonnage

7.3.1 Préparation des pastilles étalons

Dans une série de sept verres de montre de dimensions convenables, déposer 20 g du fluorure d'aluminium (5.2) ou de la cryolithe (5.4) broyés. Ajouter les volumes de la solution étalon de sulfate de sodium (5.7 ou 5.8) indiqués dans le tableau 1.

Tableau 1

Solution étalon de sulfate de sodium	Volume ajouté	Masse correspondante de SO_4^{2-}	Teneur correspondante de SO_4^{2-}
	ml	g	% (*m*/*m*)
5.7	0	0	0
	0,5	0,006 76	0,033 8
	1,0	0,013 52	0,067 6
	1,5	0,020 28	0,101 4
5.8	0,5	0,033 80	0,169 0
	1,0	0,067 60	0,338 0
	1,5	0,101 40	0,507 0

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 5938:1979
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/efbb8cde-c6b-4fee-b25d-5d0f29b1a9fd/iso-5938-1979

Faire tomber, goutte à goutte, la solution étalon au centre de la surface de la poudre, en ayant soin de ne pas mouiller la surface du verre. Sécher durant 12 h environ dans l'étuve électrique (6.8) réglée à 110 ± 5 °C. Laisser refroidir dans un dessiccateur. Mélanger soigneusement chaque poudre dans un mortier en agate.

Employer 15 g de poudre de chaque étalon séché et mélangé pour préparer les pastilles suivant les modalités spécifiées en 7.2.

NOTE — Dans le cas particulier de fluorure d'aluminium de teneur élevée en SO_4^{2-}, les ajouts de sulfate de sodium peuvent être réalisés directement par addition du sulfate de sodium solide (5.6).

7.3.2 Mesurages spectrométriques

Mettre préalablement l'appareil (6.9) sous tension et le laisser se stabiliser. Régler l'intensité du courant suivant le type de l'anticathode (voir tableau 2). Placer les pastilles étalons en position et régler le vide au moins à une valeur égale ou inférieure à 1,33 Pa. Ensuite, toujours suivant les conditions opératoires spécifiées par exemple dans le tableau 2, mesurer, pour chaque pastille étalon, l'intensité d'émission de la raie K_α du soufre.

* 1 MPa = 10^6 N/m^2

Tableau 2

Caractéristique ou élément de l'appareil	Spécification
Tension du tube	50 kV[1)]
Intensité du courant	
— anticathode au rhodium	40 mA[1)]
— anticathode au tungstène	50 mA[1)]
— anticathode au chrome	20 mA[1)]
Vide	⩽ 1,33 Pa
Longueur d'onde de la raie K_α du soufre	0,537 3 nm
Analyseur	Cristal de NaCl ou de pentaérythrite
Détecteur	Proportionnel au type de flux de gaz

1) Les conditions données sont typiques, mais en mettant au point les conditions opératoires exactes, il faut tenir compte des caractéristiques de l'appareil utilisé. Les conditions choisies doivent assurer un nombre d'impulsions acceptable du point de vue statistique, par exemple 100 000. Si l'analyseur de la hauteur des impulsions n'est pas ajusté de manière automatique, il faut le régler de façon à obtenir la meilleure discrimination du bruit de fond.

7.3.3 Tracé de la courbe

Tracer un graphique en portant, par exemple, sur l'axe des ordonnées, les intensités (nombre d'impulsions par seconde) de la raie K_α émise par le soufre présent dans les étalons et, sur l'axe des abscisses, les teneurs correspondantes en soufre, exprimées directement en pourcentages en masse de SO_4^{2-}.

NOTE — Dans le cas de concentrations élevées en soufre, il est recommandé de porter, sur l'axe des ordonnées, le rapport de l'intensité mesurée à celle qui est mesurée sur l'un des étalons, afin d'éliminer les erreurs qui pourraient être causées par les variations journalières dues à l'appareil. Cela est particulièrement nécessaire pour les appareils de type ancien.

7.4 Dosage

Effectuer le mesurage sur la prise d'essai (7.1), broyée et pastillée suivant les modalités spécifiées en 7.2, en plaçant la pastille dans l'appareil (6.9) et en suivant les conditions opératoires spécifiées en 7.3.2.

7.5 Essai à blanc

L'essai à blanc correspond au terme zéro utilisé pour l'étalonnage.

8 Expression des résultats

Au moyen de la courbe d'étalonnage (7.3.3), déterminer le pourcentage en masse de SO_4^{2-} correspondant à l'intensité de la raie K_α émise par le soufre présent dans la prise d'essai, en tenant compte de la valeur de l'essai à blanc.

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

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 5938:1979
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/efbb8cde-ce8b-4fee-b25d-5d0f29b1a9fc/iso-5938-1979

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 — Évaluation de la teneur en fluorures libres — Méthode titrimétrique conventionnelle.

ISO 4280 — Dosage des sulfates — Méthode gravimétrique à l'état de sulfate de baryum.

ISO 5930 — Dosage du phosphore — Méthode photométrique au molybdosphosphate réduit.

ISO 5938 — Dosage du soufre — Méthode par spectrométrie de fluorescence X.

ISO 6374 — Dosage du phosphore — Méthode par spectrométrie d'absorption atomique.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 5938:1979
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/efbb8cde-ce8b-4fee-b25d-5d0f29b1a9fc/iso-5938-1979

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 photométrique au molybdophosphate réduit.

ISO 5938 — Dosage du soufre — Méthode par spectrométrie de fluorescence X.

ISO 6374 — Dosage du phosphore — Méthode par spectrométrie d'absorption atomique.

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 5938:1979
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/efbb8cde-ce8b-4fee-b25d-5d0f29b1a9fc/iso-5938-1979