

NORME INTERNATIONALE

ISO
9061

Première édition
1988-12-15



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 du fer — Méthode spectrométrique à la phénanthroline-1,10

*Acid-grade and ceramic-grade fluorspar — Determination of iron content —
1,10-Phenanthroline spectrometric method*

Numéro de référence
ISO 9061 : 1988 (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 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 9061 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 175, *Spath fluor*.

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 du fer — Méthode spectrométrique à la phénanthroline-1,10

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode spectrométrique à la phénanthroline-1,10 pour le dosage du fer 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 fer, exprimée en Fe_2O_3 , est comprise entre 0,1 % (m/m) et 2,0 % (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 : 1983, *Tamis de contrôle — Tissus métalliques, tôles perforées et feuilles électroformées — Dimensions nominales des ouvertures.*

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

3 Principe

Fusion alcaline d'une prise d'essai avec un mélange de carbonate de sodium et d'acide borique.

Dissolution de la masse fondue dans un excédent d'acide chlorhydrique.

Réduction du fer(III) avec du chlorure d'hydroxylammonium.

Formation du complexe fer(II)-phénanthroline-1,10 dans un milieu tamponné (pH compris entre 3 et 5).

Mesurage spectrométrique du complexe coloré à une longueur d'onde aux environs de 510 nm.

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 Carbonate de sodium, anhydre.

4.2 Acide borique (H_3BO_3).

4.3 Acide chlorhydrique, dilué 1 + 1:

Diluer un volume d'acide chlorhydrique, ρ 1,18 g/ml, avec un égal volume d'eau.

4.4 Chlorure d'hydroxylammonium (HONH_2Cl), solution à 10 g/l.

4.5 Phénanthroline-1,10 monohydratée ($\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2\cdot\text{H}_2\text{O}$), solution à 2 g/l.

4.6 Acétate de sodium trihydraté ($\text{CH}_3\text{COONa}\cdot 3\text{H}_2\text{O}$), solution à 500 g/l.

4.7 Fer, solution étalon correspondant à 0,100 g de Fe_2O_3 par litre.

Peser, à 1 mg près, 0,605 g de sulfate d'ammonium et de fer(III) tétracosahydraté [$\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4\cdot 24\text{H}_2\text{O}$], introduire dans un bécher et dissoudre dans de l'eau.

Ajouter 10 ml d'acide sulfurique, ρ 1,84 g/ml environ, laisser refroidir, transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 0,100 mg de Fe_2O_3 .

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

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

5.2 Capsule en platine, à fond plat, de diamètre 80 mm environ et de profondeur 35 mm environ, muni d'un couvercle en platine.

5.3 Four à moufle, à même d'être maintenu à 1 000 °C environ.

5.4 Spectromètre d'absorption moléculaire, muni de cuves optiques de 2 cm de parcours optique.

6 Échantillon pour essai

Utiliser le résidu provenant de la détermination de la perte de masse à 105 °C (voir ISO 4282) pour préparer l'échantillon pour essai.

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.

7 Mode opératoire

7.1 Prise d'essai et préparation de la solution d'essai

Broyer quelques grammes d'échantillon pour essai (article 6) dans un mortier en agate jusqu'à passage au tamis d'ouverture de maille 63 µm (voir ISO 565). Sécher le produit tamisé durant 2 h dans l'étuve (5.1) réglée à 105 °C ± 2 °C, laisser refroidir en dessiccateur et peser dans la capsule en platine (5.2), à 1 mg près, 0,5 g environ de cet échantillon.

Ajouter 6 g de l'acide borique (4.2) et 4 g du carbonate de sodium anhydre (4.1), mélanger soigneusement de préférence à l'aide d'une spatule en platine. Recouvrir la capsule de son couvercle, poser sur une plaque résistante à la chaleur et isolante thermiquement, chauffer doucement au début et augmenter la chaleur peu à peu jusqu'au moment où la réaction se ralentit. Mettre la capsule dans le four à moufle (5.3) maintenu à 1 000 °C environ et chauffer jusqu'à fusion complète.

Retirer la capsule du four à moufle et laisser refroidir à l'air. Ajouter de l'eau chaude dans la capsule, chauffer dans un bain-marie jusqu'à dissolution de la masse fondue, acidifier en ajoutant lentement 20 ml de l'acide chlorhydrique (4.3) et transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 250 ml. Laisser refroidir, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

7.2 Essai à blanc

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

7.3 Établissement de la courbe d'étalonnage

7.3.1 Préparation des solutions d'étalonnage

Dans une série de sept fioles jaugées de 250 ml, introduire respectivement les volumes de la solution étalon de fer (4.7) indiqués dans le tableau 1.

Tableau 1

Volume de la solution étalon de fer (4.7) ml	Masse correspondante de Fe ₂ O ₃ mg
0*)	0
1,0	0,1
2,0	0,2
3,0	0,3
4,0	0,4
5,0	0,5
6,0	0,6

*) Solution de compensation.

7.3.2 Formation du composé absorbant

Ajouter, au contenu de chaque fiole jaugée, une quantité d'eau suffisante pour diluer à 200 ml environ, ajouter ensuite 5 ml de la solution de chlorure d'hydroxylammonium (4.4), homogénéiser et laisser reposer durant 1 min. Ajouter 10 ml de la solution d'acétate de sodium (4.6) et 5 ml de la solution de phénanthroline-1,10 (4.5), compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

7.3.3 Mesurages spectrométriques

Après 15 min, effectuer les mesurages spectrométriques des solutions d'étalonnage (7.3.1) à l'aide du spectromètre (5.4) réglé à une longueur d'onde aux environs de 510 nm, après avoir ajusté l'appareil au zéro d'absorbance par rapport à l'eau.

7.3.4 Tracé de la courbe d'étalonnage

Soustraire l'absorbance de la solution de compensation (voir tableau 1) de l'absorbance de chacune des solutions d'étalonnage pour obtenir l'absorbance nette.

Tracer une courbe d'étalonnage en portant, par exemple, les masses, en milligrammes, d'oxyde de fer(III) contenues dans 250 ml des solutions d'étalonnage en abscisses et les valeurs correspondantes des absorbances nettes en ordonnées.

7.4 Dosage

7.4.1 Partie aliquote de la solution d'essai

Selon la teneur présumée en fer, introduire une partie aliquote de la solution d'essai préparée en 7.1 dans une fiole jaugée de 250 ml, comme indiqué dans le tableau 2.

Tableau 2

Teneur en Fe ₂ O ₃ % (m/m)	Partie aliquote à prélever ml
0,1 à 0,5	50
0,5 à 1,0	20
1,0 à 2,0	10

7.4.2 Formation du composé absorbant

Ajouter les mêmes quantités de tous les réactifs utilisés pour la solution étalon de fer (voir 7.3.2) à la partie aliquote de la solution d'essai contenue dans la fiole jaugée de 250 ml (7.4.1), compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

7.4.3 Mesurages spectrométriques

Après 15 min, effectuer les mesurages spectrométriques de la solution d'essai (7.4.2) et de la solution d'essai à blanc (7.2) conformément aux modalités prescrites en 7.3.3, après avoir ajusté l'appareil au zéro d'absorbance par rapport à l'eau.

8 Expression des résultats

Au moyen de la courbe d'étalonnage (7.3.4), déterminer les masses de fer correspondant aux valeurs des absorbances de la solution d'essai et de la solution d'essai à blanc.

La teneur en fer, exprimée en pourcentage en masse de Fe_2O_3 , est donnée par la formule

$$(m_1 - m_2) \times \frac{r_D}{m_0 \times 10}$$

où

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai (7.1);

m_1 est la masse, en milligrammes, d'oxyde de fer(III) déterminée dans la partie aliquote de la solution d'essai;

m_2 est la masse, en milligrammes, d'oxyde de fer(III) déterminée dans la partie aliquote de la solution d'essai à blanc;

r_D est le rapport du volume de la solution d'essai au volume de la partie aliquote prélevée pour le dosage.

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)

Fidélité de la méthode

Des analyses comparatives sur trois échantillons, effectuées dans cinq laboratoires, ont donné les renseignements statistiques indiqués dans le tableau A.1.

Tableau A.1

Échantillon		1	2	3
Teneur moyenne en Fe_2O_3 [% (m/m)]		0,133	0,064	2,07
Écart-type	de répétabilité, σ_r	0,006	0,006	0,03
	de reproductibilité, σ_R	0,008	0,007	0,08

Les échantillons pour les analyses comparatives effectuées dans les cinq laboratoires ont été distribués aux laboratoires après avoir été broyés jusqu'à passage au tamis d'ouverture de maille 63 μm .

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 9061:1988

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ac18c039-d0cf-4ddf-9050-0d7401837410/iso-9061-1988>