

---

---

**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*



## 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 9061 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 175, *Spath fluor*.

Cette deuxième édition ~~annule et remplace la première édition~~ (ISO 9061:1988), 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

# Spats fluor pour la fabrication de l'acide fluorhydrique et spats 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 spats fluor pour la fabrication de l'acide fluorhydrique et les spats fluor utilisables dans l'industrie céramique.

La méthode est applicable aux produits dont la teneur en fer, exprimé en  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , 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 565:1990, *Tamis de contrôle — Tissus métalliques, tôles métalliques perforées et feuilles électroformées — Dimensions nominales des ouvertures.*

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

## 3 Principe

Mise en solution d'une prise d'essai par fusion alcaline avec un mélange de carbonate de sodium et d'acide borique, suivie d'une acidification avec de

l'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 de l'absorbance du complexe coloré à une longueur d'onde correspondant au maximum d'absorption (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** ( $\text{H}_3\text{BO}_3$ ).

**4.3 Acide chlorhydrique**, dilué 1 + 1.

Diluer un volume d'acide chlorhydrique ( $\rho$  1,18 g/ml environ) avec un égal volume d'eau.

**4.4 Chlorure d'hydroxylammonium** ( $\text{HONH}_2\text{Cl}$ ), 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  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  par litre.

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

Ajouter 10 ml d'acide sulfurique ( $\rho$  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  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ .

## 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**, réglable à  $1\ 000\text{ °C}$  environ.

**5.4 Spectromètre** à sélecteur de radiations à variation continue, équipé de cuves de 2 cm d'épaisseur.

**5.5 Spectromètre** à sélecteur de radiations à variation discontinue, équipé des mêmes cuves et de filtres permettant une transmission maximale à une longueur d'onde aux environs de 510 nm.

## 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 et préparation de la solution 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  $63\ \mu\text{m}$  (voir ISO 565). Sécher le produit tamisé durant 2 h dans l'étuve (5.1) réglée à  $105\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ , laisser refroidir dans un dessiccateur et peser, à 1 mg près, 0,5 g environ de cet échantillon dans la capsule en platine (5.2).

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) réglé à  $1\ 000\text{ °C}$  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 (7.4) 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 — Gamme des solutions d'étalonnage

Volume de la solution étalon de fer (4.7) ml	Masse correspondante de $\text{Fe}_2\text{O}_3$ mg
0,1	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

1) Solution de compensation (essai à blanc des réactifs pour la courbe d'étalonnage).

#### 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, mesurer l'absorbance de chacune des solutions d'étalonnage à l'aide du spectromètre (5.4) réglé à une longueur d'onde aux environs de 510 nm ou du spectromètre (5.5) muni de filtres appropriés, 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 de l'absorbance de chacune des autres solutions d'étalonnage (voir tableau 1) pour obtenir l'absorbance nette.

Tracer une courbe en portant, par exemple, sur l'axe des abscisses, les masses, en milligrammes, d'oxyde de fer(III) ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) contenues dans les solutions d'étalonnage et, sur l'axe des ordonnées, les valeurs correspondantes des absorbances nettes.

## 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 — Volume de solution d'essai à utiliser pour la formation du composé absorbant**

Teneur en $\text{Fe}_2\text{O}_3$ % (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, mesurer les absorbances 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

### 8.1 Mode de calcul

Au moyen de la courbe d'étalonnage (7.3.4), déterminer les masses d'oxyde de fer(III) ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) correspon-

dant aux valeurs des absorbances nettes de la solution d'essai et de la solution d'essai à blanc.

La teneur en fer, exprimée en pourcentage en masse de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , est donnée par la formule

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

où

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

$m_1$  est la masse, en milligrammes, d'oxyde de fer(III) ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) déterminée dans la partie aliquote de la solution d'essai (voir 7.1) prélevée pour la formation du composé absorbant;

$m_2$  est la masse, en milligrammes, d'oxyde de fer(III) ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) déterminée dans la partie aliquote correspondante de la solution d'essai à blanc (7.2);

$r_D$  est le rapport du volume de la solution d'essai au volume de la partie aliquote prélevée pour la formation du composé absorbant (7.4.2).

### 8.2 Fidélité

Voir annexe A, à titre d'information.

## 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.

## 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.

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  $\mu\text{m}$ .

**Tableau A.1 — Résultats des essais effectués entre les laboratoires**

Échantillon	1	2	3
<b>Teneur moyenne en <math>\text{Fe}_2\text{O}_3</math> [% (m/m)]</b>	0,133	0,064	2,07
<b>Écart-type</b> <span style="margin-left: 20px;"><b>de répétabilité, <math>\sigma_r</math></b></span>	0,006	0,006	0,03
<span style="margin-left: 20px;"><b>de reproductibilité <math>\sigma_R</math></b></span>	0,008	0,007	0,08

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

[ISO 9061:1993](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/50d374e2-a97e-4340-a93c-7e06b52ee8a3/iso-9061-1993)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/50d374e2-a97e-4340-a93c-7e06b52ee8a3/iso-9061-1993>

Page blanche

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

ISO 9061:1993

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/50d374e2-a97e-4340-a93c-7e06b52ee8a3/iso-9061-1993>

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

ISO 9061:1993

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/50d374e2-a97e-4340-a93c-7e06b52ee8a3/iso-9061-1993>

---

---

**CDU 553.634.12:543.42:546.72**

**Descripteurs:** minéral, spath fluor, analyse chimique, dosage, fer, méthode spectrométrique.

Prix basé sur 4 pages

---

---