

NORME
INTERNATIONALE

ISO
9501

Première édition
1991-02-01

**Spaths fluor utilisables dans l'industrie
métallurgique — Dosage du soufre total —
Méthode iodométrique après combustion**

iTeh STANDARD PREVIEW

*Metallurgical grade fluorspar — Determination of total sulfur content —
Iodometric method after combustion*

ISO 9501:1991

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/783bdae1-d08b-4551-a904-d77da9efb2bb/iso-9501-1991>



Numéro de référence
ISO 9501:1991(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 9501 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 175, *Spath fluor*.

Les annexes A et B de la présente Norme internationale sont données uniquement à titre d'information.

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 9501:1991](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sis/7856dac1-d08b-4551-a904-d77da9efb2bb/iso-9501-1991)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sis/7856dac1-d08b-4551-a904-d77da9efb2bb/iso-9501-1991>

Spaths fluor utilisables dans l'industrie métallurgique — Dosage du soufre total — Méthode iodométrique après combustion

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode iodométrique après combustion, pour le dosage du soufre total dans les spaths fluor utilisables dans l'industrie métallurgique.

La méthode est applicable aux produits dont la teneur en soufre, exprimée en S, est comprise entre 0,01 % (m/m) et 1,0 % (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, *Spaths fluor — Échantillonnage et préparation des échantillons.*

3 Principe

Mélange d'une prise d'essai avec de l'oxyde de tungstène(VI), et chauffage à 1200 °C dans un appareil fermé. Absorption du dioxyde de soufre libéré, entraîné par un courant d'azote dilué dans une solution d'acide chlorhydrique contenant de l'amidon et de l'iodure de potassium. Titrage continu de

la solution pendant l'évolution avec une solution titrée d'iodate de potassium.

4 Réactifs et produits

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 Fluorure de calcium (CaF₂), en poudre d'une haute qualité (aussi haute que possible) et exempt de soufre ou d'une teneur en soufre peu élevée et reconnue.

4.2 Oxyde de tungstène(VI) (WO₃).

4.3 Acide chlorhydrique, solution.

Diluer 1 volume d'acide chlorhydrique, ρ 1,18 g/ml, avec 66 volumes d'eau.

4.4 Iodure de potassium, solution à environ 30 g/l.

4.5 Soufre, solution étalon correspondant à 5,0 g de S par litre.

Sécher du sulfate de potassium (K₂SO₄) par chauffage durant 2 h dans l'étuve (5.2) réglée à 105 °C ± 2 °C. Laisser refroidir en dessiccateur.

Peser, à 0,2 mg près, 13,587 2 g du sulfate de potassium séché et le dissoudre dans de l'eau. Laisser refroidir, transvaser dans une fiole jaugée de 500 ml, compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 5,0 mg de S.

4.6 Iodate de potassium, solution titrée, $c(\text{KIO}_3) \approx 0,001$ mol/l.

Peser, à 0,2 mg près, 0,223 g d'iodate de potassium (KIO₃) séché et le dissoudre dans de l'eau. Laisser

refroidir, transvaser dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution titrée est équivalent à environ 0,10 mg de S.

4.7 Amidon, solution à 20 g/l.

Triturer 2,0 g d'amidon soluble dans 10 ml d'eau, ajouter à 50 ml d'eau bouillante et mélanger. Laisser refroidir, compléter à 100 ml et homogénéiser.

Préparer cette solution au moment de l'emploi.

4.8 Granules absorbant le dioxyde de carbone, granulométrie comprise entre 0,5 mm et 2 mm.

Il convient d'utiliser de l'ascarite ou un réactif semblable qui ne contienne pas d'amiante.

4.9 Perchlorate de magnésium [Mg(ClO₄)₂], anhydre, granulométrie comprise entre 0,5 mm et 2 mm.

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Appareil de combustion et de titrage (voir figure 1), comprenant les éléments suivants.

5.1.1 Alimentation d'azote

5.1.2 Tour de séchage, contenant des granules absorbant le dioxyde de carbone (4.8) et du perchlorate de magnésium (4.9).

5.1.3 Débitmètre, gradué de 0 à 1 000 ml/min.

5.1.4 Four à résistance, réglable à 1 200 °C ± 25 °C.

5.1.5 Tube réfractaire, résistant à une température de 1 200 °C ± 25 °C.

5.1.6 Coupelle réfractaire, munie d'un couvercle desserré, ou coupelle réfractaire convenable pouvant contenir une cartouche poreuse, comme illustré par la figure 2 ou la figure 3 respectivement.

Les dimensions suivantes, exprimées en millimètres, peuvent être utilisées pour la coupelle et la cartouche:

Coupelle	Cartouche
Longueur 80	Longueur 50
Largeur 13	Diamètre intérieur 15
Hauteur 9	

5.1.7 Flacon d'absorption, forme haute, de 100 ml de capacité, muni d'un barboteur sous forme de plaque plastique à plusieurs trous montée sur un tube en verre et positionnée à 15 mm au-dessous de la surface de la solution contenue dans le flacon.

5.1.8 Burette, graduée en intervalles de 0,05 ml.

5.2 Étuve électrique, réglable à 105 °C ± 2 °C.

6 Échantillon pour essai

Préparer l'échantillon pour essai conformément à l'ISO 8868:1989, paragraphe 9.3, *Préparation des échantillons pour essai en vue de l'analyse chimique*.

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 de 63 µm d'ouverture de maille (voir ISO 565). Sécher le produit tamisé durant 2 h dans l'étuve (5.2) réglée à 105 °C ± 2 °C, laisser refroidir en dessiccateur et peser, à 0,2 mg près, la quantité de l'échantillon ainsi préparé, indiquée dans le tableau 1 en fonction de la teneur présumée en soufre total.

Tableau 1

Teneur en soufre total % (m/m)	Masse de la prise d'essai g
Jusqu'à 0,5	0,5
0,5 à 1	0,2

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

Dans une série de cinq coupelles réfractaires (5.1.6), peser 0,5 g du fluorure de calcium (4.1). Ajouter 1 g de l'oxyde de tungstène(VI) (4.2) au contenu de chacune des coupelles et bien mélanger. Y ajouter respectivement les volumes de la solution étalon de soufre (4.5) indiqués dans le tableau 2.

Tableau 2

Volume de la solution étalon de soufre (4.5)	Masse correspondante de soufre
μl	mg
0	0
100	0,5
200	1,0
300	1,5
400	2,0

Sécher durant 2 h dans l'étuve (5.2) réglée à $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ et procéder au dosage conformément à 7.4, à partir de la deuxième phrase: «Introduire 80 ml de la solution ...».

Tracer une courbe d'étalonnage en portant, par exemple, les masses, en milligrammes, de soufre contenues dans chacune des solutions d'étalonnage en abscisses et les volumes correspondants, en millilitres, de la solution d'iodate de potassium (4.6) en ordonnées.

7.4 Dosage

Introduire la prise d'essai (7.1) dans un petit vase à peser contenant 1 g de l'oxyde de tungstène(VI) (4.2) et bien mélanger. Introduire 80 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.3), 1 ml de la solution d'iodure de potassium (4.4) et 1 ml de la solution d'amidon (4.7) dans le flacon d'absorption (5.1.7) et le mettre en position au bout de l'ensemble de combustion. Faire passer un courant de l'azote (5.1.1) dans l'ensemble de combustion, à un débit de 150 ml/min à 200 ml/min, et titrer la solution absorbante avec la solution d'iodate de potassium (4.6) jusqu'au moment où la solution devient bleue.

NOTE 1 Quelques gouttes de la solution d'iodate de potassium (4.6) devraient suffire.

Transférer le mélange formé par l'échantillon et l'oxyde de tungstène(VI) dans une coupelle réfractaire munie d'un couvercle desserré (5.1.6) (voir figure 2) et la mettre dans la zone chaude du four à résistance (5.1.4).

NOTE 2 En variante, le mélange formé par l'échantillon et l'oxyde de tungstène(VI) peut être transféré dans une cartouche poreuse, laquelle est ensuite mise dans une coupelle réfractaire (voir figure 3).

Laisser la coupelle dans la zone chaude du four durant à peu près 1 min et faire passer un courant d'azote à un débit de 150 ml/min à 200 ml/min. Sans interrompre le passage de l'azote, titrer la solution absorbante avec la solution d'iodate de potassium afin de maintenir la couleur bleue de la solution. Continuer de faire passer de l'azote dans l'appareillage durant 5 min ou jusqu'au moment où la so-

lution absorbante reste bleue définitivement. Rincer l'intérieur du barboteur à plusieurs trous en déclenchant le tampon d'admission sur le tube réfractaire et en remplaçant le tampon afin de rétablir le passage de l'azote dans l'appareillage. Titrer finalement la solution à un point de virage légèrement bleu et noter le volume V_1 , en millilitres, de solution d'iodate de potassium utilisé.

Noter également le volume V_2 , en millilitres, de solution d'iodate de potassium utilisé pour l'essai à blanc (7.2).

8 Expression des résultats

8.1 Mode de calcul

Au moyen de la courbe d'étalonnage (7.3), déterminer les masses de soufre contenues dans la solution d'essai (m_1) et dans la solution d'essai à blanc (m_2) correspondant aux volumes de la solution d'iodate de potassium (4.6) consommés pendant les essais respectifs.

La teneur en soufre total, exprimée en pourcentage en masse de S_T , est donnée par la formule

$$\frac{m_1 - m_2}{m_0} \times \frac{1}{10}$$

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

m_1 est la masse, en milligrammes, de soufre trouvée dans la solution d'essai;

m_2 est la masse, en milligrammes, de soufre trouvée dans la solution d'essai à blanc.

8.2 Fidélité

Voir annexe A pour des exemples de résultats obtenus à l'issue d'essais interlaboratoires.

Voir annexe B, à titre d'information.

9 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

- identification de l'échantillon;
- 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.

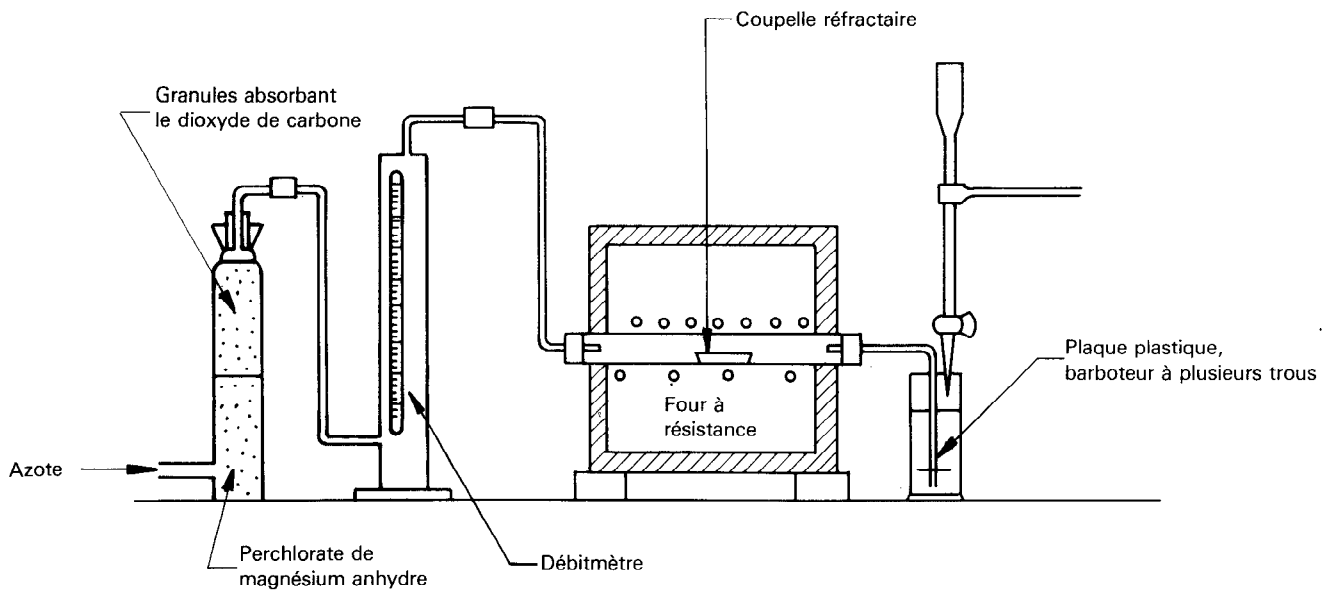
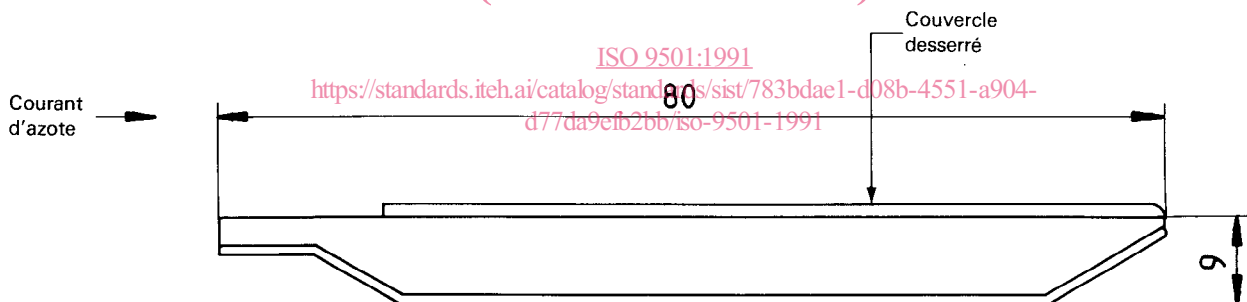


Figure 1 — Appareil de combustion et de titrage

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

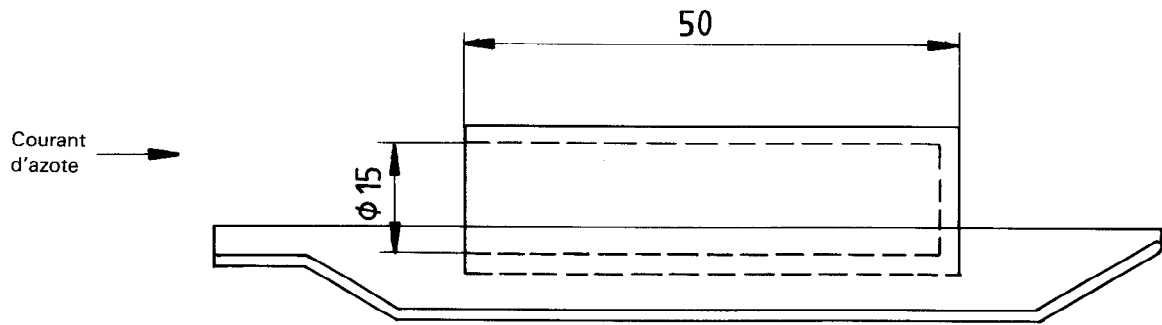
Dimensions en millimètres



NOTE — Les dimensions sont données uniquement à titre d'information.

Figure 2 — Coupelle munie d'un couvercle desserré

Dimensions en millimètres



NOTE — Les dimensions sont données uniquement à titre d'information.

Figure 3 — Coupelle avec cartouche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 9501:1991

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/783bdae1-d08b-4551-a904-d77da9efb2bb/iso-9501-1991>

Annexe A
(informative)

Valeurs de la teneur en soufre total des spaths fluor utilisables dans l'industrie métallurgique obtenues conformément à la méthode iodométrique après combustion prescrite dans la présente Norme internationale

Tableau A.1

S [% (m/m)]

Laboratoire	Échantillon					
	Chine-1	Mexique-1	Mexique-2	Chine-2	Chine-3	Corée, République populaire démocratique de
A	0,011	0,128	0,433	0,321	0,400	0,840
	0,011	0,127	0,436	0,321	0,402	0,845
B	0,006	0,123	0,405	0,295	0,384	0,815
	0,006	0,119	0,407	0,301	0,392	0,824
C	0,011	0,116	0,403	0,307	0,377	0,837
	0,013	0,115	0,404	0,308	0,389	0,855
D	0,010	0,125	0,440	0,326	0,406	0,800
	0,010	0,120	0,435	0,315	0,408	0,801
E	0,010	0,116	0,407	0,308	0,379	0,828
	0,008	0,118	0,411	0,306	0,381	0,829
F	0,008	0,105	0,411	0,294	0,392	0,804
	0,007	0,107	0,411	0,287	0,392	0,813
G	0,015	0,120	0,406	0,303	0,386	0,817
	0,012	0,123	0,411	0,306	0,391	0,821
H	0,008	0,125	0,425	0,315	0,391	0,845
	0,009	0,124	0,419	0,313	0,391	0,837

Annexe B (informative)

Résultats d'analyses statistiques effectuées sur les valeurs de la teneur en soufre total énumérées dans l'annexe A

Tableau B.1

S[% (m/m)]

Laboratoire	Échantillon											
	Chine-1		Mexique-1		Mexique-2		Chine-2		Chine-3		Corée, République populaire démocratique de	
	\bar{x}	σ_x	\bar{x}	σ_x	\bar{x}	σ_x	\bar{x}	σ_x	\bar{x}	σ_x	\bar{x}	σ_x
A	0,0110	0	0,1275	0,0007	0,4345	0,0021	0,3210	0	0,4010	0,0014	0,8425	0,0035
B	0,0060	0	0,1210	0,0028	0,4060	0,0014	0,2980	0,0042	0,3880	0,0056	0,8195	0,0063
C	0,0120	0,0014	0,1155	0,0007	0,4035	0,0007	0,3075	0,0007	0,3830	0,0084	0,8460	0,0127
D	0,0100	0	0,1225	0,0035	0,4375	0,0035	0,3205	0,0077	0,4070	0,0014	0,8005	0,0007
E	0,0090	0,0014	0,1170	0,0014	0,4090	0,0028	0,3070	0,0014	0,3800	0,0014	0,8285	0,0007
F	0,0075	0,0007	0,1060	0,0014	0,4110	0	0,2905	0,0049	0,3920	0	0,8085	0,0063
G	0,0135	0,0021	0,1215	0,0021	0,4085	0,0035	0,3045	0,0021	0,3885	0,0035	0,8190	0,0028
H	0,0085	0,0007	0,1245	0,0007	0,4220	0,0042	0,3140	0,0014	0,3910	0	0,8410	0,0056
$\bar{\bar{x}}$	0,00968		0,11943		0,41650		0,30787		0,39131		0,82568	
σ_r	0,00107		0,00193		0,00266		0,00370		0,00387		0,006052	
σ_R	0,00256		0,00677		0,01336		0,01087		0,00932		0,01723	
CV	26,4		5,66		3,20		3,53		2,38		2,08	

où

x est le résultat d'une détermination;

\bar{x} est la moyenne des déterminations effectuées dans un laboratoire particulier sur un échantillon particulier;

σ_x est l'écart-type de ces déterminations donné par l'équation suivante:

$$\sigma_x = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum (x - \bar{x})^2}$$

n est le nombre de ces déterminations;

$\bar{\bar{x}}$ est la moyenne globale de \bar{x} pour chaque échantillon, donnée par l'équation suivante:

$$\bar{\bar{x}} = \frac{1}{p} \sum \bar{x}$$

p est le nombre de laboratoires participants;

σ_r est l'écart-type de répétabilité donné par l'équation suivante:

$$\sigma_r = \sqrt{\frac{1}{p} \sum \sigma_x^2}$$

σ_R est l'écart-type de reproductibilité donné par l'équation suivante:

$$\sigma_R = \sqrt{\frac{1}{p-1} \sum (\bar{x} - \bar{\bar{x}})^2 - \frac{\sigma_r^2}{n} + \sigma_r^2}$$

CV est le coefficient de variation donné par l'équation suivante:

$$CV = \frac{\sigma_R}{\bar{\bar{x}}} \times 100$$