

---

---

**Tous les spaths fluor — Dosage de l'arsenic —  
Méthode spectrométrique au  
diéthyldithiocarbamate d'argent**

**iTeh STANDARD PREVIEW**

*All grades of fluorspar — Determination of arsenic content — Silver  
diethyldithiocarbamate spectrometric method*

ISO 9505:1992

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0ac6ebc1-c98d-4312-a219-  
edec92b78a1c/iso-9505-1992](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0ac6ebc1-c98d-4312-a219-edec92b78a1c/iso-9505-1992)



## 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 9505 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.

ITEH STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)  
ISO 9505:1992  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0ac6ebc1-c98d-4312-a219-edcc92b78a1c/iso-9505-1992>

# Tous les spaths fluor — Dosage de l'arsenic — Méthode spectrométrique au diéthylthiocarbamate d'argent

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode spectrométrique au diéthylthiocarbamate d'argent pour le dosage de l'arsenic dans toutes les qualités de spaths fluor.

La méthode est applicable aux produits dont la teneur en arsenic (As) est égale ou supérieure à 0,000 1 % (*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

Mise en solution d'une prise d'essai avec un mélange d'acide nitrique, d'acide sulfurique, d'acide chlorhydrique et eau de brome saturée, et évaporation jusqu'à début de fumées d'acide sulfurique. Réduction de l'arsenic par le zinc en milieu acide chlorhydrique, en formation d'arsine. Absorption de l'arsine par une solution de diéthylthiocarbamate d'argent.

Mesurage spectrométrique de la coloration rouge-violet produite par l'argent colloïdal dispersé à une longueur d'onde aux environs de 530 nm.

## 4 Réactifs

Tous les réactifs, et le zinc en particulier, doivent être exempts d'arsenic, ou à teneur très faible en arsenic. Au cours de l'analyse, utiliser uniquement de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

**4.1 Acide chlorhydrique**,  $\rho$  1,18 g/ml environ, solution à 35 % (*m/m*) environ.

**4.2 Acide nitrique**,  $\rho$  1,38 g/ml environ, solution à 60 % (*m/m*) environ.

**4.3 Acide sulfurique**, dilué 1 + 2,  $\rho$  1,34 g/ml environ, solution à 44 % (*m/m*) environ.

Ajouter 1 volume d'acide sulfurique,  $\rho$  1,84 g/ml environ, à 2 volumes d'eau.

Refroidir la solution pendant le mélange.

**4.4 Acide sulfurique**, dilué 1 + 10,  $\rho$  1,10 g/ml environ, solution à 15 % (*m/m*) environ.

Ajouter 1 volume d'acide sulfurique,  $\rho$  1,84 g/ml environ, à 10 volumes d'eau.

Refroidir la solution pendant le mélange.

**4.5 Hydroxyde de sodium**, solution à 40 g/l environ.

**4.6 Eau de brome**, solution saturée.

**4.7 Iodure de potassium.**

**4.8 Chlorure d'étain(II)**, solution chlorhydrique.

Dissoudre 40 g de chlorure d'étain(II) dihydraté ( $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) dans de l'acide chlorhydrique (4.1) et

compléter à 100 ml avec le même acide chlorhydrique.

Conserver la solution dans un récipient étanche à l'air.

#### 4.9 Acétate de plomb(II), solution à 120 g/l.

Dissoudre 12 g d'acétate de plomb(II) trihydraté  $[\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}]$  dans de l'eau contenant une ou deux gouttes d'acide acétique cristallisable et compléter à 100 ml.

#### 4.10 Grenaille de zinc.

#### 4.11 Diéthylthiocarbamate d'argent $[\text{Ag}(\text{DDTC})]$ , solution chloroformique à 2,5 g/l.

Dissoudre 0,25 g de diéthylthiocarbamate d'argent  $(\text{C}_5\text{H}_{10}\text{NS}_2\text{Ag})$  et 0,1 g de brucine dihydratée  $(\text{C}_{23}\text{H}_{26}\text{N}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O})$  dans 100 ml de chloroforme et homogénéiser.

#### 4.12 Arsenic, solution étalon correspondant à 100 mg de As par litre.

Peser, à 0,1 mg près, 0,132 0 g de trioxyde d'arsenic  $(\text{As}_2\text{O}_3)$  et le dissoudre dans 2 ml de la solution d'hydroxyde de sodium (4.5). Diluer à 500 ml avec de l'eau, ajouter de l'acide sulfurique dilué 1 + 10 (4.4) afin de rendre la solution légèrement acide et homogénéiser. Transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée à 1 000 ml, compléter au trait de jauge et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 100 µg de As.

#### 4.13 Arsenic, solution étalon correspondant à 1 mg de As par litre.

Transférer 10,0 ml de la solution étalon d'arsenic (4.12) dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au trait de jauge et homogénéiser.

Préparer cette solution peu de temps avant emploi.

1 ml de cette solution étalon contient 1 µg de As.

## 5 Appareillage

Tous les récipients en verre utilisés pour le dosage de l'arsenic doivent être préalablement lavés à

l'aide d'acide sulfurique concentré, chaud — en prenant les précautions d'usage — rincés abondamment à l'eau, et enfin bien séchés.

Matériel courant de laboratoire, et

#### 5.1 Appareil pour le dégagement et l'absorption totale de l'arsine, en verre exempt d'arsenic ou en plastique exempt d'arsenic.

Un appareil adéquat est représenté à la figure 1 et est constitué des éléments décrits de 5.1.1 à 5.1.4.

##### 5.1.1 Fiole conique, de capacité 100 ml, pour le dégagement de l'arsine.

5.1.2 Laine de verre, trempée dans la solution d'acétate de plomb(II) (4.9) et qui a été égouttée afin d'absorber tout sulfure d'hydrogène qui pourrait être libéré avec l'arsine.

##### 5.1.3 Tube de dégagement.

5.1.4 Tube d'absorption, contenant de la solution de diéthylthiocarbamate d'argent (4.11), pour l'absorption de l'arsine.

#### 5.2 Spectromètre à sélecteur de radiations à variation continue, muni de cuves de 1 cm d'épaisseur, ou

5.3 Spectromètre à sélecteur de radiations à variation discontinue, muni de cuves de 1 cm d'épaisseur et de filtres permettant un maximum de transmission aux environs de 530 nm.

#### 5.4 Étuve électrique, réglable à $105 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ .

5.5 Capsule en aluminium revêtue de polytétrafluoroéthylène, de diamètre 70 mm environ et de capacité 100 ml environ, ou

5.6 Capsule en polytétrafluoroéthylène, du même diamètre et de la même capacité.

#### 5.7 Plaque chauffante, réglable à $225 \text{ }^\circ\text{C} \pm 25 \text{ }^\circ\text{C}$ .

#### 5.8 Bain de vapeur.

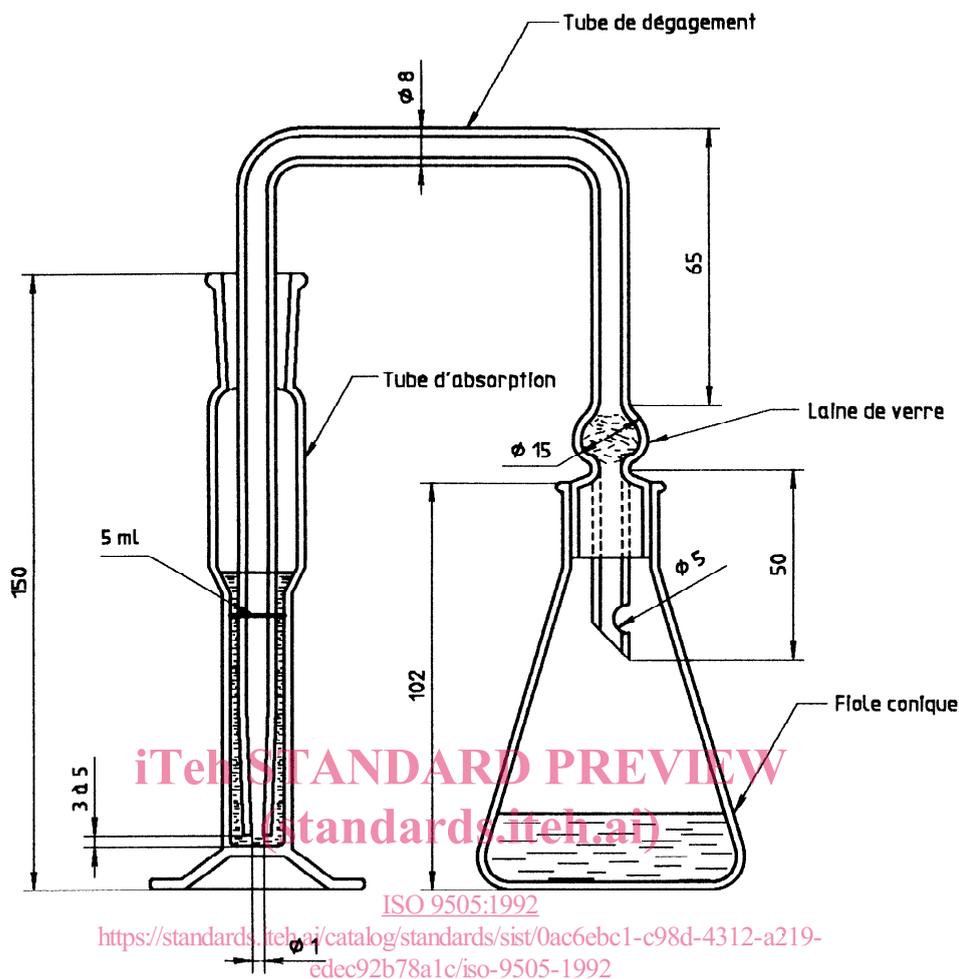


Figure 1 — Appareil type pour le dégagement et l'absorption de l'arsine

## 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 de 63  $\mu\text{m}$  d'ouverture de maille (voir ISO 565). Sécher le produit broyé durant 2 h dans l'étuve (5.4) réglée à  $105\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ , laisser refroidir en dessiccateur et peser, à 1 mg près, 0,5 g environ de cet échantillon dans la capsule en aluminium revêtue de polytétrafluoroéthylène (5.5) ou dans la capsule en polytétrafluoroéthylène (5.6).

### 7.2 Essai à blanc

Effectuer, parallèlement au dosage, un essai à blanc, en suivant le même mode opératoire et en utilisant 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

La courbe d'étalonnage doit être établie chaque fois qu'on met en œuvre un nouveau flacon de zinc et chaque fois qu'on prépare une nouvelle solution de diéthylthiocarbamate d'argent.

#### 7.3.1 Préparation de la gamme des solutions d'étalonnage

Dans une série de sept fioles coniques (5.1.1), introduire, à l'aide de pipettes, les volumes de la solution étalon d'arsenic (4.13) indiqués dans le tableau 1.

Tableau 1 — Gammes des solutions d'étalonnage

Volume de la solution étalon d'arsenic (4.13) ml	Masse correspondante d'arsenic µg
0 <sup>1)</sup>	0
1	1
3	3
5	5
10	10
15	15
20	20

1) Solution de compensation.

Diluer le contenu de chaque fiole à 20 ml environ avec de l'eau. Ajouter 5 ml de l'acide chlorhydrique (4.1), 3 g de l'iodure de potassium (4.7) et 1 ml de la solution de chlorure d'étain(II) (4.8). Diluer à 40 ml environ avec de l'eau, bien agiter et laisser ensuite reposer durant 15 min.

Introduire, à l'aide d'une pipette, 5,0 ml de la solution de diéthylthiocarbamate d'argent (4.11) dans le tube d'absorption (5.1.4). Ajouter 3 g de grenaille de zinc (4.10) dans la fiole conique, monter l'appareil (5.1) immédiatement, et refroidir l'extérieur de la fiole conique. Laisser reposer durant 1 h environ afin de permettre à la réaction d'avoir lieu. L'arsine est absorbée par la solution de diéthylthiocarbamate d'argent (4.11), produisant une couleur rouge violacée. Recommencer les opérations sur les autres fioles coniques.

### 7.3.2 Mesurages spectrométriques

Après chaque dégagement et absorption d'arsine, diluer la solution de diéthylthiocarbamate d'argent restant dans le tube d'absorption à 5,0 ml avec du chloroforme. Transvaser la solution dans une cuve de 1 cm d'épaisseur. Effectuer les mesurages à l'aide du spectromètre (5.2) à une longueur d'onde aux environs de 530 nm, ou à l'aide du spectromètre (5.3) muni de filtres appropriés, après avoir, dans chaque cas, ajusté l'appareil au zéro d'absorbance par rapport à l'eau.

### 7.3.3 Tracé de la courbe d'étalonnage

Soustraire l'absorbance de la solution de compensation de celle de chacune des solutions d'étalonnage. Tracer un graphique en portant, par exemple, sur l'axe des abscisses, les valeurs, en microgrammes, des quantités d'arsenic contenues dans chacune des solutions d'étalonnage et, sur l'axe des ordonnées, les valeurs correspondantes des absorbances.

## 7.4 Dosage

### 7.4.1 Préparation de la solution d'essai

Traiter la prise d'essai (7.1) contenue dans la capsule (5.5 ou 5.6) de la façon suivante.

Ajouter 2 ml de l'acide nitrique (4.2), 5 ml de l'acide sulfurique dilué 1 + 2 (4.3), 6 ml de l'acide chlorhydrique (4.1) et 5 ml de l'eau de brome saturée (4.6). Chauffer sur le bain de vapeur (5.8) afin d'éliminer l'excès d'acide nitrique et d'acide chlorhydrique. Poursuivre le chauffage jusqu'au moment où l'odeur d'acide ne peut plus être détectée. Évaporer sur la plaque chauffante (5.7) réglée à  $225\text{ °C} \pm 25\text{ °C}$  jusqu'au début du dégagement de fumée d'acide sulfurique et il est très important de procéder ainsi. Refroidir à température ambiante et ajouter 10 ml environ d'eau. Pulvériser le contenu de la capsule à l'aide d'une baguette de polytétrafluoroéthylène et l'entraîner avec 10 ml environ d'eau dans la fiole conique (5.1.1) qui doit être utilisée pour le dégagement de l'arsine.

Compléter les opérations conformément aux modalités prescrites en 7.3.1.

### 7.4.2 Mesurages spectrométriques

Effectuer les mesurages spectrométriques sur la solution d'essai (7.4.1) et sur la solution d'essai à blanc (7.2) conformément aux modalités prescrites en 7.3.2, 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 (7.3.3), déterminer les masses d'arsenic correspondant à la valeur de l'absorbance de la solution d'essai et à celle de la solution d'essai à blanc.

La teneur en arsenic, exprimée en pourcentage en masse de As, est donnée par la formule

$$\frac{m_1 - m_2}{m_0} \times 10^{-4}$$

où

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

$m_1$  est la masse, en microgrammes, de As trouvée dans la solution d'essai (7.4);

$m_2$  est la masse, en microgrammes, de As trouvée dans la solution d'essai à blanc (7.2).

## 9 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

- a) identification de l'échantillon;
- b) 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 9505:1992](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0ac6ebc1-c98d-4312-a219-edec92b78a1c/iso-9505-1992)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0ac6ebc1-c98d-4312-a219-edec92b78a1c/iso-9505-1992>

## Annexe A (informative)

### Fidélité de la méthode

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

**Tableau A.1 — Données de fidélité**

As [% (m/m)]		
Échantillon	1	2
Moyenne, $\bar{x}$	0,000 31	0,001 13
Écart-type		
de répétabilité, $\sigma_r$	0,000 04	0,000 06
de reproductibilité, $\sigma_R$	0,000 09	0,000 17

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

[ISO 9505:1992](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0ac6ebc1-c98d-4312-a219-edec92b78a1c/iso-9505-1992)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0ac6ebc1-c98d-4312-a219-edec92b78a1c/iso-9505-1992>

Page blanche

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

ISO 9505:1992

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0ac6ebc1-c98d-4312-a219-edec92b78a1c/iso-9505-1992>