

175

NORME  
INTERNATIONALE

ISO  
9779

Première édition  
1990-03-15

---

---

**Spaths fluor utilisables dans l'industrie  
métallurgique — Dosage du plomb — Méthode  
par spectrométrie d'absorption atomique après  
extraction**

*Metallurgical-grade fluorspar — Determination of lead content — Solvent extraction  
atomic absorption spectrometric method*



Numéro de référence  
ISO 9779 : 1990 (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 9779 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.

© ISO 1990

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

# Spaths fluor utilisables dans l'industrie métallurgique — Dosage du plomb — Méthode par spectrométrie d'absorption atomique après extraction

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode par spectrométrie d'absorption atomique après extraction, pour le dosage du plomb dans les spaths fluor utilisables dans l'industrie métallurgique.

La méthode est applicable aux produits dont la teneur en plomb est comprise entre 0,000 6 % (*m/m*) et 0,01 % (*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, *Spaths fluor pour la fabrication de l'acide fluorhydrique — Détermination de la perte de masse à 105 °C.*

## 3 Principe

Mise en solution d'une prise d'essai avec un mélange d'acide nitrique, d'acide fluorhydrique et d'acide perchlorique. Après évaporation à siccité, dissolution des sels dans de l'acide chlorhydrique.

Extraction du plomb d'une solution diluée d'acide chlorhydrique de l'échantillon contenant de l'acide L(+)-ascorbique et de l'iodure de sodium dans une solution d'oxyde de tri-*n*-octylphosphine dans de la méthyl-4 pentanone-2.

Aspiration de l'extrait organique dans la flamme air/acétylène d'un spectromètre d'absorption atomique, en utilisant la raie de résonance du plomb à une longueur d'onde de 283,3 nm d'une lampe à cathode creuse au plomb, puis mesurage de l'absorbance obtenue.

## 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 Méthyl-4 pentanone-2**, comme solution de tarage.

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

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

**4.3 Acide chlorhydrique**, dilué 1+9.

Diluer 1 volume d'acide chlorhydrique ( $\rho$  1,18 g/ml) avec 9 volumes d'eau.

**4.4 Acide nitrique**,  $\rho$  1,38 g/ml.

**4.5 Acide nitrique**, dilué 1+1.

Diluer 1 volume d'acide nitrique (4.4) avec 1 volume d'eau.

**4.6 Acide perchlorique**,  $\rho$  1,54 g/ml, solution à 60 % (*m/m*) environ.

**AVERTISSEMENT** — L'acide perchlorique peut provoquer des explosions en présence d'ammoniac, de vapeurs nitreuses ou de la matière organique en général.

**4.7 Acide fluorhydrique**,  $\rho$  1,13 g/ml, solution à 40 % (*m/m*) environ, ou  $\rho$  1,185 g/ml, solution à 48 % (*m/m*) environ.

**AVERTISSEMENT** — Très toxique par inhalation, contact avec la peau et par ingestion. Provoque de graves brûlures.

Conserver le récipient bien fermé dans un endroit bien ventilé. En cas de contact avec les yeux, laver immédiatement et abondamment avec de l'eau et consulter un spécialiste.

Porter un vêtement de protection et des gants appropriés. En cas d'accident ou de malaise, consulter immédiatement un médecin (si possible lui montrer l'étiquette).

**4.8 Iodure de sodium/acide L(+)-ascorbique, solution chlorhydrique.**

Dissoudre 41,5 g d'iodure de sodium et 10 g d'acide L(+)-ascorbique dans 100 ml de l'acide chlorhydrique dilué 1+9 (4.3).

Utiliser chaque jour une nouvelle solution.

**4.9 Oxyde de tri-*n*-octylphosphine, solution à 50 g par litre de méthyl-4 pentanone-2.**

Dissoudre 5 g d'oxyde de tri-*n*-octylphosphine dans 100 ml de méthyl-4 pentanone-2 (4.1).

**4.10 Plomb, solution étalon mère correspondant à 0,200 0 g de Pb par litre.**

Peser, à 0,1 mg près, 0,200 0 g de plomb (pureté minimale 99,9 %) et le dissoudre dans 30 ml de l'acide nitrique dilué 1+1 (4.5). 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 0,200 0 mg de Pb.

**4.11 Plomb, solution étalon correspondant à 0,020 0 g de Pb par litre.**

Prélever, à l'aide d'une pipette, 10 ml de la solution étalon mère de plomb (4.10) et les introduire dans une fiole jaugée de 100 ml. Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 0,020 0 mg de Pb.

**4.12 Solution de compensation du terme zéro.**

Peser 10 g de carbonate de calcium et le dissoudre dans 30 ml de l'acide chlorhydrique dilué 1+1 (4.2). Transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 100 ml, compléter au volume avec de l'acide chlorhydrique dilué 1+9 (4.3) et homogénéiser.

**5 Appareillage**

Matériel courant de laboratoire, et

**5.1 Spectromètre d'absorption atomique, muni d'un brûleur air/acétylène et d'une lampe à cathode creuse au plomb.**

**5.2 Capsule en platine, de capacité 100 ml environ.**

**5.3 Étuve électrique, réglable à 105 °C ± 2 °C.**

**5.4 Ampoules à décanter, de capacité 100 ml.**

**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 métallurgique.

**7 Mode opératoire**

**AVERTISSEMENT — Par suite du danger d'accidents graves en employant de l'acide perchlorique, il est conseillé de le manipuler sous une hotte bien ventilée avec une unité absorbante dans le conduit de fumées.**

**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 µm d'ouverture de maille (voir ISO 565). Sécher le produit broyé durant 2 h dans l'étuve (5.3) réglée à 105 °C ± 2 °C. Laisser refroidir en dessiccateur et peser, à 1 mg près, 1,0 g environ dans la capsule en platine (5.2).

**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 Étalonnage et dosage**

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

Dans une série de six ampoules à décanter de 100 ml (5.4), introduire les volumes de la solution étalon de plomb (4.11), de la solution de compensation du terme zéro (4.12) et de l'eau indiqués dans le tableau 1.

Tableau 1 — Gamme des solutions d'étalonnage

Solution étalon de plomb (4.11)	Masse correspondante de plomb	Solution de compensation du terme zéro (4.12)	Eau
ml	mg	ml	ml
0*)	0	10	25
1,0	0,020	10	24
2,0	0,040	10	23
3,0	0,060	10	22
4,0	0,080	10	21
5,0	0,100	10	20

\*) Terme zéro de la gamme d'étalonnage.

Traiter chacune de ces solutions de la façon suivante.

Ajouter 10 ml de la solution chlorhydrique d'iodure de sodium/acide L(+)-ascorbique (4.8). Ajouter ensuite, à l'aide d'une pipette, 10 ml de la solution d'oxyde de tri-*n*-octylphosphine (4.9) et agiter l'ampoule durant 1 min. Laisser la phase organique se déposer, l'extraire après avoir rejeté la phase aqueuse et l'introduire dans une éprouvette munie d'un bouchon en verre rodé.

### 7.3.2 Préparation de la solution de dosage

Transvaser la prise d'essai (7.1) dans la capsule en platine (5.2). Ajouter 5 ml de l'acide nitrique (4.4), 10 ml de l'acide fluorhydrique (4.7) et 10 ml de l'acide perchlorique (4.6). Chauffer jusqu'à dissolution complète et évaporer la solution jusqu'à apparition de fumées blanches d'acide perchlorique et à siccité.

Ajouter 10 ml de l'acide chlorhydrique dilué 1 + 1 (4.2) et chauffer jusqu'à siccité. Enlever la capsule en platine de la plaque chauffante et laisser refroidir. Ajouter 10 ml de l'acide chlorhydrique dilué 1 + 1 (4.2), couvrir la capsule d'un verre de montre, chauffer durant quelques minutes et laisser refroidir.

Transvaser la solution dans une ampoule à décanter de 100 ml (5.4) avec 25 ml d'eau. Ajouter 10 ml de la solution chlorhydrique d'iodure de sodium/acide L(+)-ascorbique (4.8). Ajouter ensuite, à l'aide d'une pipette, 10 ml de la solution d'oxyde de tri-*n*-octylphosphine (4.9) et suivre le mode opératoire d'extraction prescrit en 7.3.1, dernier alinéa.

### 7.3.3 Réglage du spectromètre d'absorption atomique

Régler la longueur d'onde à 283,3 nm. Ajuster le brûleur alimenté en air et en acétylène et allumer la flamme conformément aux instructions du fabricant. Préchauffer le brûleur durant 10 min. Régler le combustible et le brûleur au maximum d'absorbance en aspirant la solution d'étalonnage la plus concentrée (voir tableau 1).

Aspirer successivement de la méthyl-4 pentanone-2 (4.1) et la solution d'étalonnage la plus concentrée jusqu'à ce que la lecture soit constante et ajuster ensuite la lecture initiale de la méthyl-4 pentanone-2 au zéro d'absorbance.

### 7.3.4 Mesurages spectrométriques

Aspirer de la méthyl-4 pentanone-2 (4.1) jusqu'à obtention de la lecture initiale (voir 7.3.3). Aspirer chacune des solutions de la gamme d'étalonnage (7.3.1), la solution de dosage (7.3.2) et la solution d'essai à blanc (7.2) en ordre d'absorbance croissante, en commençant par la solution d'essai à blanc, le terme zéro de la gamme d'étalonnage (voir tableau 1) et la solution de dosage étant aspirés aux moments appropriés de la série. Noter la lecture quand une réponse constante est obtenue pour chaque solution. Aspirer de la méthyl-4 pentanone-2 entre chaque solution. Répéter les mesurages au moins deux fois.

### 7.3.5 Tracé de la courbe d'étalonnage et détermination

Soustraire de l'absorbance de chaque solution d'étalonnage l'absorbance du terme zéro de la gamme d'étalonnage (voir tableau 1) afin d'obtenir l'absorbance nette. Tracer une courbe

d'étalonnage en portant sur un graphique les moyennes des absorbances nettes de plomb obtenues pour les solutions d'étalonnage en fonction des concentrations de plomb.

Au moyen de la courbe d'étalonnage, déterminer la concentration de plomb dans la solution de dosage correspondant à la valeur de l'absorbance nette de cette solution.

## 8 Expression des résultats

### 8.1 Mode de calcul

La teneur en plomb, exprimée en pourcentage en masse de Pb, est donnée par la formule

$$\frac{\rho(\text{Pb})_1 - \rho(\text{Pb})_0}{m} \times 100$$

où

$\rho(\text{Pb})_0$  est la concentration de plomb, exprimée en milligrammes par 10 ml, dans la solution d'essai à blanc, correspondant à la valeur d'absorbance nette lue sur la courbe d'étalonnage (7.3.5);

$\rho(\text{Pb})_1$  est la concentration de plomb, exprimée en milligrammes par 10 ml, dans la solution de dosage, correspondant à la valeur d'absorbance nette lue sur la courbe d'étalonnage (7.3.5);

$m$  est la masse, en milligrammes, de la prise d'essai (7.1).

### 8.2 Fidélité

Voir annexe A à titre d'information.

## 9 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

- 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)

### Résultats d'essais interlaboratoires

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

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

Pb [ppm (m/m)]

Échantillon Laboratoire	Thaïlande-1			Thaïlande-2			Vergenoeg			Chine		
	$x$	$\bar{x}$	$\sigma_x$	$x$	$\bar{x}$	$\sigma_x$	$x$	$\bar{x}$	$\sigma_x$	$x$	$\bar{x}$	$\sigma_x$
1	23	24	1,4	41	40	1,4	7	6,5	0,7	2	2	0
	25			39			6			2		
2	25	25,5	0,7	43	43,5	0,7	7	7	0	2	2	0
	26			44			7			2		
3	25	24,5	0,7	44	43,5	0,7	7	6,5	0,7	2	2,5	0,7
	24			43			6			3		
4	26	24,5	1,5	47	46,5	0,7	7	6,5	0,7	1	2	1,4
	23			46			6			3		
5	24	25	1	43	41,5	2,1	7	6,5	0,7	4	3	1,4
	26			40			6			2		
6	28	27	1	44	43	1,4	7	7	0	2	2	0
	26			42			7			2		
7	19	20	1	44	41	4,2	4	4,5	0,7	2	2,5	0,7
	21			38			5			3		
8	24	23,5	0,7	42	43	1,4	6	6,5	0,7	2	2	0
	23			44			7			2		
$\bar{\bar{x}}$	24,2			42,8			6,4			2,2		
$\sigma_r$	1,3			1,9			0,6			0,8		
$\sigma_R$	2,3			2,4			0,9			0,6		
CV	9,5			5,6			14,1			27,3		

où

$x$  est le résultat d'une détermination;

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

$\sigma_x$  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;

$\sigma_r$  est l'écart-type de répétabilité donné par l'équation suivante:

$$\sigma_r = \sqrt{\frac{1}{p} \sum \sigma_{\bar{x}}^2}$$

$\sigma_R$  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:

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

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

ISO 9779:1990

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f647e452-73c3-408e-b68d-2c413265a620/iso-9779-1990>