
NORME INTERNATIONALE



1620

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION • МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ • ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

Cryolithe, naturelle et artificielle — Dosage de la silice — Méthode spectrophotométrique au molybdosilicate réduit

Cryolite, natural and artificial — Determination of silica content — Reduced molybdosilicate spectrophotometric method

Première édition — 1976-09-15

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1620:1976

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9291b5e6-20f7-4f84-9aaf-292422f895ae/iso-1620-1976>

CDU 553.634 : 546.284 : 543.42

Réf. n° : ISO 1620-1976 (F)

Descripteurs : minéral d'aluminium, cryolithe, analyse chimique, dosage, silice, méthode spectrophotométrique.

AVANT-PROPOS

L'ISO (Organisation Internationale de Normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (Comités Membres ISO). L'élaboration des Normes Internationales est confiée aux Comités Techniques ISO. Chaque Comité Membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du Comité Technique correspondant. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO, participent également aux travaux.

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.

Avant 1972, les résultats des travaux des Comités Techniques étaient publiés comme Recommandations ISO; maintenant, ces documents sont en cours de transformation en Normes Internationales. Compte tenu de cette procédure, le Comité Technique ISO/TC 47 a examiné la Recommandation ISO/R 1620 et est d'avis qu'elle peut, du point de vue technique, être transformée en Norme Internationale. La présente Norme Internationale remplace donc la Recommandation ISO/R 1620-1970 à laquelle elle est techniquement identique.

La Recommandation ISO/R 1620 avait été approuvée par les Comités Membres des pays suivants :

| | | |
|-------------------------|------------------|-----------------|
| Afrique du Sud, Rép. d' | Grèce | Pologne |
| Allemagne | Hongrie | Roumanie |
| Australie | Inde | Royaume-Uni |
| Autriche | Iran | Suède |
| Belgique | Israël | Suisse |
| Brésil | Italie | Tchécoslovaquie |
| Chili | Norvège | Thaïlande |
| Égypte, Rép. arabe d' | Nouvelle-Zélande | Turquie |
| Espagne | Pays-Bas | U.R.S.S. |
| France | Pérou | Yougoslavie |

Le Comité Membre du pays suivant avait désapprouvé la Recommandation pour des raisons techniques :

Canada

Aucun Comité Membre n'a désapprouvé la transformation de la Recommandation ISO/R 1620 en Norme Internationale.

Cryolithe, naturelle et artificielle – Dosage de la silice – Méthode spectrophotométrique au molybdosilicate réduit

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie une méthode spectrophotométrique au molybdosilicate réduit pour le dosage de la silice dans la cryolithe, naturelle et artificielle, ainsi que dans les produits, naturels et synthétiques, à rapport molaire (NaF/AlF₃) compris entre 3 et 1,7 environ.

La méthode est applicable aux produits dont la teneur en oxyde de phosphore(V) (P₂O₅) ne dépasse pas 0,2 % (m/m).

1.1 Cas particulier (en cours d'étude)

Teneurs en oxyde de phosphore(V) supérieures à 0,02 % (m/m).

2 RÉFÉRENCE

ISO 1619, *Cryolithe, naturelle et artificielle – Préparation et conservation des échantillons pour essai.*

3 PRINCIPE

Fusion alcaline d'une prise d'essai au moyen d'un mélange composé de carbonate de sodium et d'acide borique. Reprise de la masse fondue par l'acide nitrique en excès tel que le pH final de la solution soit compris entre 0,7 et 0,9 après dilution à 500 ml, ou entre 0,3 et 0,5 après dilution à 250 ml.

Sur une partie aliquote appropriée de la solution d'attaque, formation du molybdosilicate oxydé (jaune) dans des conditions bien définies d'acidité, de concentration de réactifs, de température et de temps.

Réduction sélective du complexe en milieu sulfurique d'acidité élevée et en présence d'acide tartrique.

Mesurage spectrophotométrique du complexe réduit coloré à une longueur d'onde aux environs de 815 nm.

4 RÉACTIFS

Au cours de l'analyse, n'utiliser que des réactifs de qualité analytique reconnue, et que de l'eau bidistillée.

4.1 Carbonate de sodium, anhydre.

4.2 Acide borique (H₃BO₃).

4.3 Acide nitrique, solution 8 N environ.

Diluer 540 ml d'acide nitrique, ρ 1,40 g/ml environ, solution à 68 % (m/m) environ, avec de l'eau et compléter le volume à 1 000 ml.

4.4 Molybdate de sodium, solution à 195 g/l (0,8 M environ).

Dans un bécher en polytétrafluoréthylène (PTFE), dissoudre 19,5 g de molybdate de sodium dihydraté (Na₂MoO₄.2H₂O) dans de l'eau chaude et, après refroidissement, compléter le volume à 100 ml.

Transvaser la solution dans un flacon en matière exempte de silice et filtrer avant l'emploi, si nécessaire.

4.5 Acide tartrique, solution à 100 g/l.

4.6 Acide sulfurique, solution 16 N environ.

Ajouter, avec précaution, 450 ml d'acide sulfurique, ρ 1,84 g/ml environ, solution à 96 % (m/m) environ, à 500 ml environ d'eau. Refroidir, compléter le volume à 1 000 ml et homogénéiser.

4.7 Solution réductrice

Utiliser l'une des deux solutions suivantes :

4.7.1 Acide amino-4 hydroxy-3 naphthalène sulfonique-1, solution à 1,5 g/l.

a) Dissoudre 7 g de sulfite de sodium anhydre (Na₂O₃) dans 50 ml d'eau. Ajouter ensuite 1,5 g d'acide amino-4 hydroxy-3 naphthalène sulfonique-1 (C₁₀H₉NO₄S).

b) Dissoudre 90 g de métadisulfite de sodium anhydre (Na₂S₂O₅) dans 900 ml d'eau.

Mélanger les solutions a) et b), compléter le volume à 1 000 ml et homogénéiser. Filtrer si nécessaire.

Conserver la solution au frais dans un flacon sombre en matière exempte de silice.

4.7.2 Acide ascorbique, solution à 20 g/l.

Préparer cette solution au moment de l'emploi.

4.8 Silice, solution étalon correspondant à 0,500 g de SiO_2 par litre.

Dans un creuset en platine de capacité convenable, peser, à 0,001 g près,

– soit 0,500 g de SiO_2 provenant de l'acide silicique pur (H_2SiO_3), calciné à 1 000 °C jusqu'à constance de masse, c'est-à-dire jusqu'à ce que deux pesées consécutives ne diffèrent pas de plus de 0,001 g, après refroidissement en dessiccateur,

– soit 0,500 g de quartz pur, finement broyé et préalablement calciné durant 1 h à 1 000 °C et refroidi en dessiccateur.

Ajouter, dans le creuset, 5 g du carbonate de sodium (4.1). Bien mélanger, de préférence avec une spatule en platine, et faire fondre soigneusement. Ajouter dans le creuset de l'eau chaude, chauffer modérément jusqu'à dissolution complète et transvaser quantitativement la solution dans un bécher en matière exempte de silice. Refroidir, diluer la solution à 500 ml environ, la transvaser ensuite quantitativement dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser.

Transvaser immédiatement la solution dans un flacon en matière exempte de silice.

1 ml de cette solution étalon contient 0,500 mg de SiO_2 .

4.9 Silice, solution étalon correspondant à 0,020 g de SiO_2 par litre.

Prélever 40,0 ml de la solution étalon de silice (4.8), les introduire dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 0,020 mg de SiO_2 .

Préparer cette solution au moment de l'emploi.

4.10 Silice, solution étalon correspondant à 0,005 g de SiO_2 par litre.

Prélever 50,0 ml de la solution étalon de silice (4.9), les introduire dans une fiole jaugée de 200 ml, compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 0,005 mg de SiO_2 .

Préparer cette solution au moment de l'emploi.

5 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Capsule en platine, à fond plat, de diamètre 70 mm environ et de hauteur 35 mm environ, munie d'un couvercle en platine.

5.2 Four électrique, réglable à 550 ± 25 °C.

5.3 Four électrique, réglable à 750 ± 25 °C.

5.4 pH-mètre.

5.5 Spectrophotomètre.

NOTE — La verrerie doit être soigneusement lavée au mélange sulfochromique chaud, en prenant les précautions d'usage, puis abondamment rincée à l'eau et enfin à l'eau bidistillée; ne pas sécher.

Pour les solutions alcalines, éviter l'emploi de récipients en verre.

6 MODE OPÉRATOIRE

6.1 Prise d'essai

Peser, à 0,001 g près, 1 g exactement de l'échantillon pour essai, séché à 110 °C (voir ISO 1619, 3.3).

6.2 Établissement de la courbe d'étalonnage

6.2.1 Préparation de la solution de base

Dans la capsule en platine (5.1), peser 12 g du carbonate de sodium (4.1) et 4 g de l'acide borique (4.2), et mélanger soigneusement, de préférence avec une spatule en platine.

Couvrir la capsule avec son couvercle et l'introduire dans le four électrique (5.2) réglé à 550 ± 25 °C, en prenant la précaution d'isoler la capsule de la sole du four. Maintenir à 550 ± 25 °C jusqu'à ce que la réaction se calme.

NOTE 76 — Éviter le contact des récipients en platine avec des matériaux réfractaires. Pour les isoler de la sole du four, employer, par exemple, des supports en platine.

Transférer ensuite la capsule dans le four électrique (5.3) réglé à 750 ± 25 °C, en ayant soin de l'isoler, comme précédemment, de la sole du four. Le séjour de la capsule à cette température doit être de 5 min au maximum.

Retirer la capsule du four et la laisser refroidir à l'air.

Ajouter dans la capsule de l'eau bouillante en chauffant modérément jusqu'à dissolution complète.

Après léger refroidissement, transvaser le contenu de la capsule dans un bécher en PTFE de capacité convenable, contenant 20 ml de la solution d'acide nitrique (4.3). Laver soigneusement la capsule et son couvercle avec 18 ml de la solution d'acide nitrique et successivement à l'eau chaude, en recueillant les liquides de lavage dans le bécher en PTFE; chauffer durant quelques minutes à une température voisine de l'ébullition.

Laisser refroidir légèrement et transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 100 ml. Après refroidissement, compléter au volume et homogénéiser.

6.2.2 Essai préliminaire de contrôle et de correction du pH

Prélever 20 ml de la solution de base (6.2.1) et les introduire dans un bécher de capacité convenable. Dans le bécher, ajouter 15 ml d'eau, 15 ml de la solution étalon de silice (4.10) et 5 ml de la solution de molybdate de sodium (4.4); homogénéiser et contrôler la valeur du pH à l'aide du pH-mètre (5.4).

Cette valeur doit être comprise entre 0,85 et 0,90; sinon, ajuster le pH en ajoutant, lentement, au moyen d'une pipette graduée ou d'une burette, goutte à goutte, et en agitant après chaque ajout, la quantité nécessaire de la solution d'acide nitrique (4.3). Diluer, si nécessaire, de manière que le volume final de la solution, après addition de la solution d'acide nitrique, soit de 65 ml et contrôler de nouveau le pH (compris entre 0,85 et 0,90).

Noter le volume de la solution d'acide nitrique ajouté pour la correction du pH et rejeter la solution.

6.2.3 Préparation des solutions témoins, se rapportant à des mesurages spectrophotométriques effectués en cuves de 1 cm de parcours optique

Dans une série de six fioles jaugées de 100 ml, introduire 20 ml de la solution de base (6.2.1) et le volume de la solution d'acide nitrique (4.3) utilisé pour la correction du pH dans l'essai préliminaire (6.2.2). Ajouter ensuite dans les fioles les volumes de la solution étalon de silice (4.10) indiqués dans le tableau suivant :

| Solution étalon de silice (4.10) | Masse correspondante de SiO ₂ |
|----------------------------------|--|
| ml | mg |
| 0* | 0 |
| 5,0 | 0,025 |
| 10,0 | 0,050 |
| 15,0 | 0,075 |
| 20,0 | 0,100 |
| 25,0 | 0,125 |

* Solution de compensation.

Diluer ensuite les solutions à 60 ml environ.

6.2.4 Développement de la coloration

Ajouter, dans chaque fiole, 5 ml de la solution de molybdate de sodium (4.4), mélanger et laisser reposer durant 15 à 25 min au maximum, de 20 à 25 °C. Ajouter ensuite 5 ml de la solution d'acide tartrique (4.5), 11 ml de la solution d'acide sulfurique (4.6) et enfin 2 ml de la solution réductrice (4.7.1 ou 4.7.2). Mélanger, compléter au volume et homogénéiser.

6.2.5 Mesures spectrophotométriques

Après 10 min, mais avant 40 min, effectuer les mesurages spectrophotométriques au moyen du spectrophotomètre (5.5) réglé à une longueur d'onde aux environs de 815 nm, après avoir ajusté l'appareil au zéro d'absorbance par rapport à la solution de compensation.

NOTE — Étalonner rigoureusement les cuves employées pour les mesurages.

6.2.6 Tracé de la courbe

Tracer un graphique en portant, par exemple, sur l'axe des abscisses, les valeurs, exprimées en milligrammes, des quantités de silice contenues dans 100 ml de solution témoin et, sur l'axe des ordonnées, les valeurs correspondantes des absorbances.

6.3 Dosage

6.3.1 Préparation de la solution d'essai

6.3.1.1 FUSION DE LA PRISE D'ESSAI

Dans la capsule en platine (5.1), peser 12 g du carbonate de sodium (4.1) et 4 g de l'acide borique (4.2), et mélanger soigneusement. Ajouter la prise d'essai (6.1) et homogénéiser soigneusement le tout, de préférence avec une spatule en platine.

Couvrir la capsule avec son couvercle et l'introduire dans le four électrique (5.2) réglé à 550 ± 25 °C, en prenant la précaution d'isoler la capsule de la sole du four par un support ne risquant pas d'introduire d'impuretés. Maintenir à 500 ± 25 °C jusqu'à ce que la réaction se calme. (Temps nécessaire 30 min environ.)

Transférer ensuite la capsule dans le four électrique (5.3), réglé à 750 ± 25 °C, en ayant soin de l'isoler, comme précédemment, de la sole du four. Le séjour de la capsule à cette température doit être de 30 min, et l'opérateur devra s'assurer que la température de 750 ± 25 °C soit maintenue durant un minimum de 20 min.

6.3.1.2 MISE EN SOLUTION DE LA MASSE FONDUE

Retirer la capsule du four et la laisser refroidir à l'air.

Ajouter dans la capsule de l'eau bouillante en chauffant modérément jusqu'à dissolution.

Après léger refroidissement, transvaser le contenu de la capsule dans un bécher en plastique (par exemple en PTFE) de capacité convenable, contenant 20 ml de la solution d'acide nitrique (4.3).

Dissoudre le résidu adhérent encore aux parois de la capsule (résidu essentiellement constitué par de l'oxyde de fer(III)) avec 18 ml de la solution d'acide nitrique et laver soigneusement à l'eau chaude la capsule et son couvercle, en recueillant les liquides de lavage dans le bécher en plastique.

Chauffer durant quelques minutes à une température voisine de l'ébullition jusqu'à dissolution complète. Laisser refroidir, transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 250 ml, compléter au volume et homogénéiser.

Transvaser immédiatement la solution dans un flacon en matière exempte de silice.

6.3.2 Réaction colorée

6.3.2.1 PRÉLÈVEMENT DES PARTIES ALIQUOTES

Prélever deux parties aliquotes de 50,0 ml de la solution d'essai (6.3.1.2) et les introduire respectivement dans un bécher de capacité convenable et dans une fiole jaugée de 100 ml.

6.3.2.2 ESSAI PRÉLIMINAIRE DE CONTRÔLE ET DE CORRECTION DU pH

À la partie aliquote de la solution d'essai placée dans le bécher, ajouter 5 ml de la solution de molybdate de sodium (4.4) et agiter. Contrôler la valeur du pH à l'aide du pH-mètre (5.4), la ramener à une valeur comprise entre 0,85 et 0,90 comme il est spécifié en 6.2.2, et rejeter la solution.

6.3.2.3 DÉVELOPPEMENT DE LA COLORATION

À l'autre partie aliquote de la solution d'essai placée dans la fiole jaugée de 100 ml, ajouter le volume de la solution d'acide nitrique (4.3) utilisé pour la correction du pH dans l'essai préliminaire (6.3.2.2), diluer à 60 ml environ et mélanger. Procéder ensuite au développement de la coloration selon les modalités spécifiées en 6.2.4.

6.3.2.4 MESURE SPECTROPHOTOMÉTRIQUE

Effectuer le mesurage spectrophotométrique selon les modalités spécifiées en 6.2.5, après avoir ajusté l'appareil au zéro d'absorbance par rapport à l'eau.

6.3.3 Essai à blanc

6.3.3.1 PRÉPARATION DE LA SOLUTION

Préparer la solution de l'essai à blanc selon les modalités spécifiées en 6.2.1, en amenant toutefois le volume final de la solution à 250 ml.

6.3.3.2 DÉVELOPPEMENT DE LA COLORATION

Procéder au développement de la coloration selon les modalités spécifiées en 6.3.2.3.

6.3.3.3 MESURE SPECTROPHOTOMÉTRIQUE

Effectuer le mesurage spectrophotométrique selon les modalités spécifiées en 6.3.2.4.

7 EXPRESSION DES RÉSULTATS

Au moyen de la courbe d'étalonnage (voir 6.2.6), déterminer les quantités de silice correspondant aux valeurs des mesures spectrophotométriques de la partie aliquote de la solution d'essai et de celle de l'essai à blanc.

La teneur en silice (SiO_2), exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$(m_0 - m_1) \times \frac{500}{1\ 000} = \frac{m_0 - m_1}{2}$$

où

m_0 est la masse, en milligrammes, de silice (SiO_2) trouvée dans la partie aliquote de la solution d'essai (contenant 0,200 g de l'échantillon pour essai, séché) prélevée pour le dosage;

m_1 est la masse, en milligrammes, de silice (SiO_2) trouvée dans la partie aliquote correspondante de la solution de l'essai à blanc.

8 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

Le procès-verbal d'essai doit contenir les indications suivantes :

- a) référence de la méthode utilisée;
- b) résultats, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;
- c) compte rendu de tous détails particuliers éventuels relevés au cours de l'essai;
- d) compte rendu de toutes opérations non prévues dans la présente Norme Internationale ou dans la Norme Internationale à laquelle il est fait référence, ou de toutes opérations facultatives.

ANNEXE

PUBLICATIONS ISO RELATIVES À LA CRYOLITHE, NATURELLE ET ARTIFICIELLE

- ISO 1619 – Préparation et conservation des échantillons pour essai.
- ISO 1620 – Dosage de la silice – Méthode spectrophotométrique au molybdosilicate réduit.
- ISO 1693 – Dosage du fluor – Méthode de Willard-Winter modifiée.
- ISO 1694 – Dosage du fer – Méthode photométrique à la phénanthroline-1,10.
- ISO 2366 – Dosage du sodium – Méthodes par spectrophotométrie de flamme (émission) et par absorption atomique.
- ISO 2367 – Dosage de l'aluminium – Méthode gravimétrique à l'hydroxy-8 quinoléine.
- ISO 2830 – Dosage de l'aluminium – Méthode par absorption atomique.
- ISO 3391 – Dosage du calcium – Méthode par absorption atomique dans la flamme.
- ISO 3392 – Dosage de l'eau – Méthode électrométrique.
- ISO 3393 – Détermination de l'humidité – Méthode gravimétrique.
- ISO 4277 – Évaluation de la teneur en fluorures libres – Méthode titrimétrique conventionnelle.
- ISO 4280 – Dosage des sulfates – Méthode gravimétrique à l'état de sulfate de baryum.
- ISO . . . – Échantillonnage.

iteh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 1620:1976
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9291b5e6-20f7-4f84-9aaf-292422f895ae/iso-1620-1976>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1620:1976

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9291b5e6-20f7-4f84-9aaf-292422f895ae/iso-1620-1976>