
NORME INTERNATIONALE



2366

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

Cryolithe naturelle et artificielle — Dosage du sodium — Méthodes par spectrophotométrie de flamme (émission) et par absorption atomique

*Cryolite natural and artificial — Determination of sodium content — Flame emission and atomic absorption
spectrophotometric methods*

ITEH STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

Première édition — 1974-11-01

[ISO 2366:1974](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/19119cb4-edbf-4529-9e33-2c10fb336470/iso-2366-1974)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/19119cb4-edbf-4529-9e33-2c10fb336470/iso-2366-1974>

CDU 661.8 : 553.634 : 546.33 : 543.423

Réf. N° : ISO 2366-1974 (F)

Descripteurs : cryolithe, analyse chimique, dosage, sodium, photométrie de flamme, absorption atomique.

AVANT-PROPOS

L'ISO (Organisation Internationale de Normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (Comités Membres ISO). L'élaboration de 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.

La Norme Internationale ISO 2366 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 47, *Chimie*, et soumise aux Comités Membres en novembre 1972.

Elle a été approuvée par les Comités Membres des pays suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	France	Roumanie
Allemagne	Hongrie	Royaume-Uni
Australie	Inde	Suède
Autriche	Israël	Suisse
Belgique	Italie	Thaïlande
Bulgarie	Nouvelle-Zélande	Turquie
Canada	Pays-Bas	U.R.S.S.
Egypte, Rép. arabe d'	Pologne	
Espagne	Portugal	

Cette Norme Internationale a également été approuvée par l'Union Internationale de Chimie Pure et Appliquée (IUPAC).

Aucun Comité Membre n'a désapprouvé le document.

Cryolithe naturelle et artificielle – Dosage du sodium – Méthodes par spectrophotométrie de flamme (émission) et par absorption atomique

1 OBJET

La présente Norme Internationale spécifie une méthode par spectrophotométrie de flamme (émission) et une méthode par absorption atomique dans la flamme, pour le dosage du sodium dans la cryolithe naturelle et artificielle.

2 DOMAINE D'APPLICATION

Ces méthodes sont applicables, en alternative, au dosage du sodium dans la cryolithe naturelle et artificielle, de composition normale, c'est-à-dire lorsque le rapport molaire NaF/AlF₃ est égal à environ 3.

3 RÉFÉRENCE

ISO/R 1619, *Cryolithe naturelle et artificielle – Préparation et conservation des échantillons pour essais*.

4 PRINCIPE

Mise en solution d'une prise d'essai par attaque à l'acide sulfurique concentré et reprise par l'acide chlorhydrique et par l'eau.

- Méthode par photométrie de flamme (émission) : Pulvérisation de la solution au sein d'une flamme (hydrogène-oxygène, par exemple) et dosage du sodium par mesurage de l'intensité de la raie émise à 589 nm.
- Méthode par absorption atomique dans la flamme : Pulvérisation de la solution au sein d'une flamme air-acétylène et dosage du sodium par mesurage photométrique de l'absorption de la raie 589 nm, émise par une lampe à cathode creuse au sodium.

5 RÉACTIFS

Au cours de l'analyse, n'utiliser que de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

5.1 Acide sulfurique, ρ 1,84 g/ml environ, solution à 96 % (m/m) environ.

5.2 Acide chlorhydrique, ρ 1,19 g/ml environ, solution à 38 % (m/m) environ.

5.3 Sodium, solution étalon correspondant à 1,00 g de sodium par litre.

Peser, à 0,000 1 g près, 3,089 2 g de sulfate de sodium anhydre, préalablement séché à 120 °C environ et refroidi en dessiccateur. Les placer dans un bécher de capacité convenable (250 ml par exemple), dissoudre dans 100 ml environ d'eau, ajouter 10 ml de la solution d'acide chlorhydrique (5.2), transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser.

Transvaser la solution dans un flacon en matière plastique.¹⁾

1 ml de cette solution étalon contient 1,00 mg de Na.

5.4 Sodium, solution étalon correspondant à 0,100 g de sodium par litre.

Prélever 50,0 ml de la solution étalon de sodium (5.3), les placer dans une fiole jaugée de 500 ml, compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 0,100 mg de Na.

Préparer cette solution au moment de l'emploi et la transvaser dans un flacon en matière plastique.¹⁾

6 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et

6.1 Capsule en platine, diamètre 75 mm environ, hauteur 30 mm environ.

6.2 Spectrophotomètre de flamme, muni d'un pulvérisateur-brûleur alimenté de manière à exciter l'émission de la raie spectrale du sodium à 589 nm.

ou

6.3 Spectrophotomètre d'absorption atomique, muni d'un brûleur alimenté par air comprimé et acétylène.

6.4 Lampe au sodium, à cathode creuse ou de décharge.

1) Le polyéthylène, le polytétrafluoroéthylène, le polypropylène conviennent entre autres.

7 MODE OPÉRATOIRE

7.1 Méthode par photométrie de flamme (émission)

7.1.1 Prise d'essai

Peser, à 0,000 1 g près, 0,500 g de l'échantillon pour essai séché, préparé suivant les indications données en 2.3 d'ISO/R 1619.

7.1.2 Établissement de la courbe d'étalonnage

7.1.2.1 PRÉPARATION DES SOLUTIONS TÉMOINS

Dans une série de 11 fioles jaugées de 1 000 ml, placer les volumes de la solution étalon de sodium (5.3) indiqués dans le tableau suivant :

Solution étalon de sodium (5.3)	Masse correspondante de sodium	Masse correspondante de sodium en 100 g de cryolithe
ml	mg	g
0*	0	0
2,0	2,0	4
4,0	4,0	8
6,0	6,0	12
8,0	8,0	16
10,0	10,0	20
12,0	12,0	24
14,0	14,0	28
16,0	16,0	32
18,0	18,0	36
20,0	20,0	40

* Essai à blanc des réactifs de la courbe d'étalonnage

Ajouter dans chaque fiole 10 ml de la solution d'acide sulfurique (5.1) et 10 ml de la solution d'acide chlorhydrique (5.2). Compléter ensuite au volume, homogénéiser et transvaser immédiatement dans des flacons en matière plastique.

N'employer que des solutions témoins fraîchement préparées.

NOTE — Compte tenu de la sensibilité différente des appareillages de photométrie de flamme, les concentrations des solutions témoins, de la solution d'essai et de la solution de l'essai à blanc, pourront être modifiées pour que le mesurage puisse se faire dans le domaine de sensibilité le meilleur de l'équipement utilisé.

7.1.2.2 MESURES SPECTROPHOTOMÉTRIQUES

Mettre préalablement l'appareil (6.2) sous tension le temps nécessaire à sa stabilisation. Régler la sensibilité de l'appareil et l'ouverture de la fente suivant les caractéristiques de l'appareil employé et en assurant une largeur de bande passante de 6 nm au maximum, centré sur le maximum d'émission (valeur théorique 589 nm).

Pulvériser au sein de la flamme les différentes solutions témoins (7.1.2.1) et mesurer l'intensité des radiations émises après avoir réglé le point zéro de l'échelle de transmission sur l'essai à blanc des réactifs de la courbe d'étalonnage et le point 100 sur la solution à 20 mg de Na par litre.

Avoir soin de maintenir constante la quantité des solutions pulvérisées dans la flamme par unité de temps pendant toute la durée de l'exécution de la courbe d'étalonnage.

7.1.2.3 TRACÉ DE LA COURBE D'ÉTALONNAGE

Tracer un graphique en portant, par exemple, sur l'axe des abscisses, les quantités de Na exprimées en milligrammes contenues dans les solutions témoins et, sur l'axe des ordonnées, les valeurs correspondantes des intensités mesurées.

7.1.3 Dosage

7.1.3.1 PRÉPARATION DE LA SOLUTION D'ESSAI

Placer la prise d'essai (7.1.1) dans la capsule en platine (6.1), ajouter 5 ml de la solution d'acide sulfurique (5.1) et chauffer avec précaution, sous une hotte bien ventilée, jusqu'à complète élimination de l'acide fluorhydrique (15 à 20 min).

Augmenter ensuite la température et évaporer l'acide sulfurique en excès. Ajouter dans la capsule 3 ml de la solution d'acide chlorhydrique (5.2), 30 ml d'eau et chauffer pour parfaire la solution.

Laisser refroidir, transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 100 ml, compléter au volume et homogénéiser. Prélever 10,0 ml de cette solution et les placer dans une fiole jaugée de 1 000 ml; ajouter 10 ml de la solution d'acide sulfurique (5.1), 10 ml de la solution d'acide chlorhydrique (5.2), compléter au volume et homogénéiser.

Transvaser la solution dans un flacon en matière plastique.

7.1.3.2 MESURES SPECTROPHOTOMÉTRIQUES

7.1.3.2.1 Mesurage d'orientation

Effectuer un premier mesurage d'orientation de la solution d'essai (7.1.3.1) selon les modalités indiquées en 7.1.2.2 en même temps que l'on effectue les mesurages spectrophotométriques des solutions témoins (7.1.2.1).

7.1.3.2.2 Mesurage par encadrement

Effectuer un deuxième mesurage de la solution d'essai (7.1.3.1) par encadrement entre deux solutions ne différant que de 2 g de Na (rapporté à 100 g de cryolithe).

Pour la préparation de ces solutions d'encadrement, suivre les modalités indiquées en 7.1.2.1 en utilisant toutefois des quantités convenables de la solution étalon de sodium (5.4). Ces quantités ne doivent pas différer entre elles de plus de 10 ml.

7.1.4 Essai à blanc

7.1.4.1 PRÉPARATION DE LA SOLUTION DE L'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.

Transvaser la solution dans un flacon en matière plastique.

7.1.4.2 MESURAGE SPECTROPHOTOMÉTRIQUE

Effectuer le mesurage de la solution de l'essai à blanc (7.1.4.1) selon les modalités indiquées en 7.1.2.2 en même temps que l'on effectue les mesurages spectrophotométriques des solutions témoins (7.1.2.1).

7.2 Méthode par absorption atomique dans la flamme

7.2.1 Prise d'essai

Voir 7.1.1.

7.2.2 Établissement de la courbe d'étalonnage

7.2.2.1 PRÉPARATION DES SOLUTIONS TÉMOINS

Voir 7.1.2.1.

7.2.2.2 MESURES SPECTROPHOTOMÉTRIQUES

Monter la lampe au sodium (6.4) et mettre préalablement l'appareil (6.3) sous tension pendant le temps nécessaire à sa stabilisation. Régler la longueur d'onde aux environs de 589 nm ainsi que la sensibilité et la fente suivant les caractéristiques de l'appareil.

Régler la pression de l'air et de l'acétylène suivant les caractéristiques du pulvérisateur brûleur, de manière à avoir une flamme oxydante, claire et non lumineuse.

Régler la vitesse d'aspiration entre 2,5 et 5 ml/min.

Pulvériser au sein de la flamme la série des solutions témoins (7.1.2.1) et mesurer l'absorbance pour chacune. Avoir soin de maintenir constante la quantité des solutions pulvérisées dans la flamme par unité de temps pendant toute la durée de l'exécution de la courbe d'étalonnage.

NOTE – Faire passer de l'eau à travers le brûleur après chaque mesurage.

7.2.2.3 TRACÉ DE LA COURBE D'ÉTALONNAGE

Tracer un graphique en portant, par exemple, sur l'axe des abscisses, les valeurs exprimées en milligrammes des quantités de Na contenues dans 1 000 ml de solution témoin et, sur l'axe des ordonnées, les valeurs correspondantes des absorbances, diminuées de la valeur mesurée pour le terme zéro des solutions témoins (essai à blanc des réactifs de la courbe d'étalonnage).

7.2.3 Dosage

7.2.3.1 PRÉPARATION DE LA SOLUTION D'ESSAI

Voir 7.1.3.1.

7.2.3.2 MESURES SPECTROPHOTOMÉTRIQUES

7.2.3.2.1 Mesurage d'orientation

Effectuer un premier mesurage d'orientation de la solution d'essai (7.1.3.1) selon les modalités indiquées en 7.2.2.2 en même temps que l'on effectue les mesurages spectrophotométriques des solutions témoins (7.1.2.1).

7.2.3.2.2 Mesurage par encadrement

Effectuer un deuxième mesurage de la solution d'essai (7.1.3.1) par encadrement entre deux solutions ne différant que de 2 g de Na (rapporté à 100 g de cryolithe).

Pour la préparation de ces solutions d'encadrement suivre les modalités indiquées en 7.1.2.1 en utilisant toutefois des quantités convenables de la solution étalon de sodium (5.4). Ces quantités ne doivent pas différer entre elles de plus de 10 ml.

7.2.4 Essai à blanc

7.2.4.1 PRÉPARATION DE LA SOLUTION DE L'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.

Transvaser la solution dans un flacon en matière plastique.

7.2.4.2 MESURE SPECTROPHOTOMÉTRIQUE

Effectuer le mesurage de la solution de l'essai à blanc (7.2.4.1) selon les modalités indiquées en 7.2.2.2 en même temps que l'on effectue les mesurages spectrophotométriques des solutions témoins (7.1.2.1).

8 EXPRESSION DES RÉSULTATS

La concentration C en sodium, exprimée en milligrammes par litre, de la solution présentée au spectrophotomètre, (6.2 ou 6.3) est donnée par la formule

$$C = \left[C_1 + (C_2 - C_1) \frac{E - E_1}{E_2 - E_1} \right] - C_0$$

où

C_1 est la concentration, en milligrammes par litre, de la solution d'encadrement inférieure utilisée lors du dosage;

E_1 est la valeur de la mesure correspondante;

C_2 est la concentration, en milligrammes par litre, de la solution d'encadrement supérieure utilisée lors du dosage;

E_2 est la valeur de la mesure correspondante;

E est la valeur de la mesure correspondant à la solution d'essai;

C_0 est la concentration, en milligrammes par litre, de la solution de l'essai à blanc, relevée de la courbe d'étalonnage appropriée (7.1.2.3 ou 7.2.2.3).

La teneur en sodium (Na) est donnée, en pourcentage en masse, par la formule

$$\frac{C \times 100 \times 10}{m \times 1\,000} = \frac{C}{m}$$

où m est la masse, en grammes, de la prise d'essai.

9 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.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 2366:1974](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/19119cb4-edbf-4529-9e33-2c10fb336470/iso-2366-1974)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/19119cb4-edbf-4529-9e33-2c10fb336470/iso-2366-1974>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2366:1974

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/19119cb4-edbf-4529-9e33-2c10fb336470/iso-2366-1974>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2366:1974

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/19119cb4-edbf-4529-9e33-2c10fb336470/iso-2366-1974>