NORME INTERNATIONALE ISO 3430

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

Fluorure de sodium principalement utilisé pour la production de l'aluminium — Dosage de la silice — Méthode spectrophotométrique au molybdosilicate réduit

Sodium fluoride primarily used for the production of aluminium — Determination of silica content — Reduced molybdosilicate spectrophotometric method

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Première édition — 1976-08-15

ISO 3430:1976
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e703c02c-02db-46ec-a2ab-fa88d0e99441/iso-3430-1976

CDU 661.833.316 : 546.284 : 543.42 **Réf. nº : ISO 3430-1976 (F)**

Descripteurs : composé chimique, fluorure de sodium, analyse chimique, dosage, silice, méthode spectrophotométrique.

Prix basé sur 5 pages

ISO 3430-1976 (F)

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.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

La Norme Internationale ISO 3430 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 47, *Chimie,* et a été soumise aux Comités Membres en février 1974.

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

ISO 3430:1976
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e703c02c-02db-46ec-a2ab-fa88d0c09341/iso-3430-1976

Afrique du Sud, Rép. d'	Hongrie	Royaume-Uni
Allemagne	Inde	Suède
Autriche	Irlande	Suisse
Belgique	Israël	Thaïlande
Bulgarie	Italie	Turquie
Chili	Pologne	U.R.S.S.
Égypte, Rép. arabe d'	Portugal	Yougoslavie
France	Roumanie	

Aucun Comité Membre n'a désapprouvé le document.

© **Organisation Internationale de Normalisation, 1976** •

Imprimé en Suisse

Fluorure de sodium principalement utilisé pour la production de l'aluminium — 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 le fluorure de sodium principalement utilisé pour la production de l'aluminium.

La méthode est applicable aux produits dont la teneur en P_2O_5 ne dépasse pas 0,02 % (*m/m*).

2 RÉFÉRENCE

ISO 3428, *Fluorure de sodium à usage industriel — Préparation et conservation des échantillons pour essai.*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 3430:1976
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e703c02c-02db-46ec-a2ab-fa88d0e99441/iso-3430-1976

3 PRINCIPE

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

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

Réduction sélective du complexe en milieu sulfurique d'acidité élevée et en présence d'acide tartrique pour éliminer l'interférence du phosphore. L'influence gênante du fluor est éliminée par la présence de l'acide borique.

Mesurage spectrophotométrique du complexe coloré à une longueur d'onde correspondant au maximum d'absorption (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 (H_3BO_3).

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, compléter le volume à 1 000 ml et homogénéiser.

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

Dans un bécher en matière exempte de silice, dissoudre 19,5 g de molybdate de sodium dihydraté ($Na_2MoO_4 \cdot 2H_2O$) dans de l'eau chaude et, après refroidissement, compléter le volume à 100 ml et homogénéiser. 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.

Dissoudre 10 g d'acide tartrique dans de l'eau, compléter le volume à 100 ml et homogénéiser.

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

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.

Les solutions indiquées ci-après peuvent être utilisées en variante :

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

a) Dissoudre 7 g de sulfite de sodium anhydre (Na_2SO_3) dans 50 ml d'eau. Ajouter ensuite 1,5 g d'acide amino-4 hydroxynaphtalène-3 sulfonique-1 ($C_{10}H_9NO_4S$).

b) Dissoudre 90 g de métadisulfite de sodium anhydre ($Na_2S_2O_5$) dans 900 ml d'eau.

Mélanger les deux solutions a) et b), compléter le volume à 1 000 ml et homogénéiser. Filtrer, si nécessaire, et conserver la solution au frais dans un flacon ambré, en matière exempte de silice.

4.7.2 Acide ascorbique, solution à 20 g/l.

Dissoudre 2 g d'acide ascorbique dans de l'eau, compléter le volume à 100 ml et homogénéiser.

Conserver la solution dans un flacon en matière exempte de silice et à l'abri de la lumière.

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, 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 1 mg) et refroidi 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 à l'aide d'une spatule en platine, et faire fondre soigneusement jusqu'à l'obtention d'une masse claire et transparente.

Après refroidissement, 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 en fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser. Transvaser immédiatement 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 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

La verrerie doit être soigneusement lavée au mélange sulfochromique chaud en prenant les précautions d'usage, abondamment rincée à l'eau et enfin à l'eau bidistillée. Ne sécher ni à l'étuve ni à l'air comprimé. Pour les solutions alcalines, utiliser des récipients en matière exempte de silice.

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, muni d'une électrode de mesurage en verre et d'une électrode de référence au calomel, sensibilité 0,05 unité de pH.

5.5 Spectrophotomètre.

6 MODE OPÉRATOIRE

6.1 Prise d'essai

Peser, à 0,001 g près, 1 g de l'échantillon pour essai séché [voir ISO 3428 (paragraphe 2.3)].

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

6.2 Établissement de la courbe d'étalonnage

6.2.1 *Préparation de la solution de base*

ISO 3430:1976
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5f8c6b0e-02a8-4ace-a2ab-
fa4cafe99441/iso-3430-1976

Peser, dans la capsule en platine (5.1),

— 24 g du carbonate de sodium (4.1),

— 8 g de l'acide borique (4.2),

et mélanger soigneusement, à l'aide d'une spatule en platine. Couvrir la capsule avec son couvercle et l'introduire dans le four électrique (5.2) réglé à 550 ± 25 °C jusqu'à ce que la réaction soit terminée, en prenant la précaution d'isoler la capsule de la sole du four par un support ne risquant pas d'introduire d'impuretés (support en platine, de préférence).

Transférer ensuite la capsule dans le four électrique (5.3) réglé à 750 ± 25 °C en l'isolant comme précédemment de la sole du four. Le séjour dans celui-ci doit être de 5 min au maximum. Retirer la capsule du four et laisser refroidir à l'air. Ajouter dans la capsule de l'eau bouillante en chauffant modérément jusqu'à dissolution complète.

Après léger refroidissement, transvaser lentement le contenu de la capsule dans un bécher en matière exempte de silice, d'une capacité convenable, contenant 40 ml de la solution d'acide nitrique (4.3). Laver soigneusement capsule et couvercle avec 36 ml de la solution d'acide nitrique (4.3) puis successivement à l'eau chaude, en recevant le tout dans le même bécher, et chauffer durant quelques minutes à une température voisine de l'ébullition.

Laisser refroidir légèrement et transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 200 ml. Après refroidissement, compléter au volume et homogénéiser.

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

6.2.2 *Essai préliminaire de contrôle et de correction du pH*

Prélever 20,0 ml de la solution de base (6.2.1) et les introduire dans un bécher de capacité convenable.

Ajouter dans le bécher 15 ml d'eau, 15 ml de la solution étalon de silice (4.10), 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 goutte, la quantité nécessaire de la solution d'acide nitrique (4.3). Diluer, si nécessaire, de manière que le volume final de la solution, après introduction de la solution d'acide nitrique, soit d'environ 65 ml, et contrôler de nouveau le pH qui doit être compris entre 0,85 et 0,90.

Noter le volume de la solution d'acide nitrique (4.3) employé pour la correction du pH et rejeter la solution de l'essai préliminaire.

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 béchers en matière exempte de silice, de capacité 100 ml, introduire 20 ml de la solution de base (6.2.1) et ajouter ensuite la quantité de la solution d'acide nitrique (4.3) employée pour la correction du pH dans l'essai préliminaire de contrôle (6.2.2).

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 3430:1976
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e7b5c02c-02db-46ec-a2ab-
1a88d0e99441/iso-3430-1976

Introduire ensuite 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 la solution contenue dans chaque bécher à 60 ml environ.

6.2.4 *Développement de la coloration*

Ajouter, dans chaque bécher, 5 ml de la solution de molybdate de sodium (4.4), mélanger et laisser reposer durant 15 à 25 min au maximum, à une température comprise entre 20 et 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) et mélanger.

Transvaser quantitativement les solutions dans une série de six fioles jaugées de 100 ml, en matière exempte de silice, 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 correspondant au maximum d'absorption (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 masses, exprimées en milligrammes, de silice (SiO_2) 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

Peser, dans la capsule en platine (5.1), 12 g du carbonate de sodium (4.1) et 4 g de l'acide borique (4.2). Mélanger soigneusement. Ajouter la prise d'essai (6.1) et homogénéiser soigneusement le tout, à l'aide d'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 de l'isoler de la sole du four par un support ne risquant pas d'introduire d'impuretés (support en platine, de préférence). Maintenir à 550 ± 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 l'isolant comme précédemment de la sole du four.

Le séjour dans ce four doit être de 30 min et l'on doit s'assurer que la température de 750 ± 25 °C est maintenue durant 20 min au moins.

6.3.1.2 MISE EN SOLUTION DE LA MASSE FONDUE

Retirer la capsule du four et laisser refroidir à l'air. Ajouter dans la capsule de l'eau bouillante en chauffant modérément jusqu'à dissolution.

Après léger refroidissement, transvaser lentement le contenu de la capsule dans un bécher en matière exempte de silice, de capacité convenable, contenant 20 ml de la solution d'acide nitrique (4.3).

Dissoudre le résidu adhérant 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 (4.3), et laver soigneusement à l'eau chaude capsule et couvercle en recevant le tout dans le même bécher.

Chauffer durant quelques minutes à une température voisine de l'ébullition, jusqu'à dissolution complète. Laisser refroidir légèrement. Lorsque la solution est tiède, la transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 250 ml. Refroidir, 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 dans deux béchers de capacité 100 ml, en matière exempte de silice.

6.3.2.2 ESSAI PRÉLIMINAIRE DE CONTRÔLE ET DE CORRECTION DU pH

À l'une des parties aliquotes de la solution d'essai, ajouter 5 ml de la solution de molybdate de sodium (4.4) et homogénéiser.

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 spécifié en 6.2.2, et rejeter la solution.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

6.3.2.3 DÉVELOPPEMENT DE LA COLORATION

À l'autre partie aliquote de la solution d'essai, ajouter la quantité de la solution d'acide nitrique (4.3) employée pour la correction du pH dans l'essai préliminaire (6.3.2.2) et homogénéiser. Diluer, si nécessaire, à 60 ml environ et homogénéiser.

ISO 3430:1976
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e703c02c-02db-46ec-a2ab-f88d0e99441/iso-3430-1976

Procéder ensuite 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 utilisant la moitié de la quantité des réactifs indiqués et en amenant le volume final de la solution à 250 ml.

6.3.3.2 RÉACTION COLORÉE

Procéder selon les modalités spécifiées en 6.3.2.

7 EXPRESSION DES RÉSULTATS

Au moyen de la courbe d'étalonnage (6.2.6), déterminer la masse de silice correspondant à la valeur de la mesure spectrophotométrique de la partie aliquote de la solution d'essai et de celle de l'essai à blanc.

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

$$\frac{m_1 - m_2}{1\,000} \times \frac{250}{50} \times \frac{100}{m_0} = \frac{m_1 - m_2}{2\,m_0}$$

où

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai (6.1);

m_1 est la masse, en milligrammes, de silice (SiO_2) trouvée dans la partie aliquote de la solution d'essai;

m_2 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 AU FLUORURE DE SODIUM À USAGE INDUSTRIEL ET AU FLUORURE DE SODIUM PRINCIPALEMENT UTILISÉ POUR LA PRODUCTION DE L'ALUMINIUM

FLUORURE DE SODIUM À USAGE INDUSTRIEL

ISO 2831 — Détermination de l'insoluble dans l'eau.

ISO 2832 — Détermination de l'humidité.

ISO 2833 — Dosage du fluor — Méthode Willard-Winter modifiée.

ISO 3428 — Préparation et conservation des échantillons pour essai.

FLUORURE DE SODIUM PRINCIPALEMENT UTILISÉ POUR LA PRODUCTION DE L'ALUMINIUM

ISO 3429 — Dosage du fer — Méthode photométrique à la phénanthroline-1,10.

ISO 3430 — Dosage de la silice — Méthode spectrophotométrique au molybdosilicate réduit.

ISO 3431 — Dosage des sulfates solubles — Méthode turbidimétrique.

ISO 3566 — Dosage des chlorures — Méthode turbidimétrique.

ISO 4278 — Dosage des carbonates — Méthode gravimétrique.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 3430:1976
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e703c02c-02db-46ec-a2ab-fa88d0e99441/iso-3430-1976

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3430:1976
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e703c02c-02db-46ec-a2ab-fa88d0e99441/iso-3430-1976