

NORME INTERNATIONALE **ISO** 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

Sample Document

get full document from standards.iteh.ai

CDU 553.634 : 546.284 : 543.42

Réf. n° : ISO 1620-1976 (F)

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

Prix basé sur 5 pages

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/AlF_3) compris entre 3 et 1,7 environ.

La méthode est applicable aux produits dont la teneur en oxyde de phosphore(V) (P_2O_5) 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 (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 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 ($\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) 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 (Na_2O_3) dans 50 ml d'eau. Ajouter ensuite 1,5 g d'acide amino-4 hydroxy-3 naphthalène sulfonique-1 ($\text{C}_{10}\text{H}_9\text{NO}_4\text{S}$).

b) Dissoudre 90 g de métadisulfite de sodium anhydre ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$) 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.