
NORME INTERNATIONALE 1693

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

Cryolithe, naturelle et artificielle — Dosage du fluor — Méthode de Willard-Winter modifiée

Cryolite, natural and artificial — Determination of fluorine content — Modified Willard-Winter method

Première édition — 1976-09-15

Sample Document

get full document from standards.iteh.ai

CDU 553.634 : 546.16 : 543.24

Réf. n° : ISO 1693-1976 (F)

Descripteurs : minerais d'aluminium, cryolithe, analyse chimique, dosage, fluor.

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 1693 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 1693-1970 à laquelle elle est techniquement identique.

La Recommandation ISO/R 1693 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	Suisse
Belgique	Israël	Tchécoslovaquie
Brésil	Italie	Thaïlande
Canada	Norvège	Turquie
Égypte, Rép. arabe d'	Nouvelle-Zélande	U.R.S.S.
Espagne	Pays-Bas	Yougoslavie
France	Pérou	

Aucun Comité Membre n'avait désapprouvé la Recommandation.

Aucun Comité Membre n'a désapprouvé la transformation de la Recommandation ISO/R 1693 en Norme Internationale.

Cryolithe, naturelle et artificielle — Dosage du fluor — Méthode de Willard-Winter modifiée

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie une méthode de Willard-Winter modifiée pour le dosage du fluor 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.

2 RÉFÉRENCE

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

3 PRINCIPE

Fusion d'une prise d'essai par le carbonate de sodium.

Séparation du fluor par distillation à l'acide sulfurique ou à l'acide perchlorique. Titrage avec une solution de nitrate de thorium, en présence d'alizarine sulfonate de sodium et de bleu de méthylène comme indicateurs.

Le titrage peut être exécuté, en variante, avec une solution de nitrate de thorium en présence d'alizarine sulfonate de sodium seulement, en opérant par voie spectrophotométrique aux environs de 525 nm, jusqu'à atteindre l'absorbance de 0,60, conventionnellement fixée, dans des conditions bien définies.

4 RÉACTIFS

Au cours de l'analyse, n'utiliser que des réactifs de qualité analytique reconnue, et que de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

4.1 Carbonate de sodium, anhydre.

4.2 Acide chlorhydrique, solution 0,06 N environ.

Diluer 5 ml d'acide chlorhydrique, ρ 1,19 g/ml environ, solution à 38 % (m/m) environ, avec de l'eau et compléter le volume à 1 000 ml.

4.3 Hydroxyde de sodium, solution à 20 g/l.

4.4 Acide sulfurique, solution 24 N environ.

Ajouter, avec précaution et par petites fractions, 200 ml d'acide sulfurique, ρ 1,84 g/ml environ, solution à 96 % (m/m) environ, à 100 ml environ d'eau et, après refroidissement, compléter le volume à 300 ml.

ou

4.4.1 Acide perchlorique, ρ 1,60 g/ml environ, solution à 64,5 % (m/m) environ.

4.5 Solution tampon, de pH 2,7.

Dissoudre 9,45 g d'acide monochloracétique dans 50 ml d'une solution d'hydroxyde de sodium 1 N et compléter le volume à 100 ml.

4.6 Nitrate de thorium, solution titrée 0,067 N environ.

1 ml de cette solution titrée correspond à 1,3 mg environ de fluor (F).

4.6.1 Préparation de la solution

Dissoudre 9,45 g de nitrate de thorium tétrahydraté $[\text{Th}(\text{NO}_3)_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$, ou la masse correspondante de nitrate de thorium d'hydratation différente, dans de l'eau et compléter le volume à 1 000 ml.

4.6.2 Étalonnage de la solution

4.6.2.1 PRÉPARATION DE LA SOLUTION ÉTALON DE RÉFÉRENCE

Peser, à 0,000 1 g près, 0,2 g environ de fluorure de sodium anhydre extra-pur, préalablement calciné à 600 °C dans une capsule en platine et refroidi en dessiccateur. Transférer, en lavant avec 20 à 30 ml d'eau, dans le ballon à distiller (5.4.1) contenant quelques billes en verre (de diamètre 2 à 3 mm).

Boucher le ballon à distiller et ajouter, à travers l'ampoule à décanter (5.4.5), en fonction du milieu de distillation choisi, soit 50 ml de la solution d'acide sulfurique (4.4), soit 30 ml de la solution d'acide perchlorique (4.4.1).