
NORME INTERNATIONALE 4284

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

Spaths fluor pour la fabrication de l'acide fluorhydrique — Dosage des sulfures — Méthode iodométrique

Acid-grade fluorspar — Determination of sulphide content — Iodometric method

Première édition — 1978-07-15

STANDARDSISO.COM : Click to view the full PDF of ISO 4284:1978

CDU 553.634 : 546.221 : 543.242.3

Réf. n° : ISO 4284-1978 (F)

Descripteurs : spath fluor, analyse chimique, analyse quantitative, dosage, sulfure, méthode iodométrique.

AVANT-PROPOS

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est confiée aux comités techniques de l'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 4284 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 47, *Chimie*, et a été soumise aux comités membres en juillet 1976.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

Afrique du Sud, Rép. d'	Hongrie	Royaume-Uni
Allemagne	Inde	Suisse
Belgique	Israël	Tchécoslovaquie
Brésil	Italie	Thaïlande
Bulgarie	Mexique	Turquie
Chili	Pays-Bas	Yougoslavie
Espagne	Pologne	
France	Roumanie	

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

Cette Norme internationale a également été approuvée par l'Union internationale de chimie pure et appliquée (IUPAC).

Spaths fluor pour la fabrication de l'acide fluorhydrique — Dosage des sulfures — Méthode iodométrique

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme internationale spécifie une méthode iodométrique de dosage des sulfures dans les spaths fluor pour la fabrication de l'acide fluorhydrique.

La méthode est applicable aux produits dont la teneur en sulfures est égale ou supérieure à 0,001 % (*m/m*).

NOTE — Les spaths fluor pour la fabrication de l'acide fluorhydrique ne contiennent généralement pas de polysulfures. La méthode n'est pas applicable si l'on soupçonne leur présence.

2 RÉFÉRENCE

ISO 4282, *Spaths fluor pour la fabrication de l'acide fluorhydrique — Détermination de la perte de masse à 105 °C.*

3 ÉCHANTILLON POUR ESSAI

Pour la préparation de l'échantillon pour essai, utiliser le résidu provenant de la détermination de la perte de masse à 105 °C (voir ISO 4282).

4 PRINCIPE

Digestion d'une prise d'essai, dans un appareil scellé, par un mélange de solutions d'acide chlorhydrique, de chlorure d'étain(II) et d'acide borique. Absorption du sulfure d'hydrogène libéré, entraîné par un courant d'azote ou d'argon exempt d'oxygène, dans une solution d'acétate de cadmium et dosage iodométrique du sulfure de cadmium formé.

5 RÉACTIFS

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

5.1 Acide borique.

5.2 Azote, ou argon, exempt d'oxygène.

NOTE — Si l'on soupçonne la présence d'oxygène, faire passer le gaz à travers un flacon laveur contenant une solution alcaline de pyrogallol.

5.3 **Acide chlorhydrique**, solution préparée en diluant 1 volume d'une solution d'acide chlorhydrique, ρ 1,19 g/ml environ, avec 2 volumes d'eau.

5.4 Chlorure d'étain(II), solution à 200 g/l.

Dissoudre 200 g de chlorure d'étain(II) dihydraté ($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) dans 300 ml d'une solution d'acide chlorhydrique, ρ 1,19 g/ml environ, et diluer à 1 000 ml avec de l'eau.

5.5 Acétate de cadmium, solution à 30 g/l.

Dissoudre 30 g d'acétate de cadmium dihydraté [$\text{Cd}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$] dans de l'eau contenant 6 ml d'acide acétique cristallisable et diluer à 1 000 ml.

5.6 Iode, solution titrée 0,01 N.

5.7 Thiosulfate de sodium, solution titrée 0,01 N.

NOTE — Il est essentiel que les réactifs (5.6) et (5.7) soient fraîchement préparés à partir de solutions titrées 0,1 N.

6 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et

6.1 Appareil pour le dégagement et l'absorption du gaz, composé de

6.1.1 Flacon absorbeur.

6.1.2 Ballon fond plat, muni d'un entonnoir à robinet et d'un réfrigérant à reflux à circulation d'eau.

NOTE — Un appareil type est représenté à la figure.

6.2 Étuve électrique, réglable à 105 ± 1 °C.

7 MODE OPÉRATOIRE

7.1 Prise d'essai

Dans un mortier en agate, broyer quelques grammes de l'échantillon pour essai (voir chapitre 3) jusqu'à passage total au tamis d'ouverture de maille 63 μm (voir ISO 565).

Sécher le produit tamisé durant 2 h dans l'étuve (6.2) réglée à 105 ± 1 °C, laisser refroidir en dessiccateur et peser, à 0,001 g près, 3 g environ de cet échantillon.

7.2 Essai à blanc

Effectuer, parallèlement au dosage et en suivant le même mode opératoire, un essai à blanc en employant les mêmes réactifs que ceux utilisés pour le dosage, mais en omettant la prise d'essai.

7.3 Dosage

Introduire 50 ml de la solution d'acétate de cadmium (5.5) dans le flacon absorbeur (6.1.1). Introduire la prise d'essai (7.1) dans le ballon (6.1.2), ajouter 3 g de l'acide borique (5.1) et assembler l'appareil (6.1).

Ajouter un mélange composé de 50 ml de la solution d'acide chlorhydrique (5.3) et de 10 ml de la solution de chlorure d'étain(II) (5.4), par l'entonnoir à robinet.

Fermer le col de l'entonnoir à robinet avec un bouchon à un trou équipé d'un morceau de tube en verre, et faire passer un courant de l'azote ou de l'argon (5.2) dans l'appareil, à un débit de 50 ml/min, durant 15 min.

Faire bouillir doucement le contenu du ballon durant 1 h, sans interrompre le passage du gaz, puis débrancher le flacon absorbeur de l'appareil.

Enlever le tube d'admission du gaz du flacon absorbeur et introduire, dans ce dernier, 10,0 ml de la solution d'iode (5.6) et 8 à 10 ml de la solution d'acide chlorhydrique (5.3). Plonger le tube d'admission du gaz dans le flacon absorbeur et le rincer avec soin, en recueillant les eaux de rinçage dans le flacon. Veiller, avec précaution, à ce que tout le sulfure de cadmium adhérent au tube d'admission ait été complètement dissous.

Titrer en retour l'iode n'ayant pas réagi avec la solution de thiosulfate de sodium (5.7).

8 EXPRESSION DES RÉSULTATS

La teneur en sulfures, exprimée en pourcentage en masse de soufre (S), est donnée par la formule

$$\frac{(10,0 - V_1) - (10,0 - V_0)}{m} \times 100 \times 0,000 16$$

$$= \frac{V_0 - V_1}{m} \times 0,016$$

où

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai (7.1);

V_0 est le volume, en millilitres, de la solution de thiosulfate de sodium (5.7), utilisé pour l'essai à blanc;

V_1 est le volume, en millilitres, de la solution de thiosulfate de sodium (5.7), utilisé pour le dosage;

10,0 est le volume, en millilitres, de la solution d'iode (5.6), introduit dans le flacon absorbeur;

0,000 16 est la masse, de soufre correspondant à 1 ml d'une solution de thiosulfate de sodium 0,01 N exactement.

NOTE — Si les solutions titrées employées n'ont pas exactement la concentration prévue dans la liste des réactifs, des corrections appropriées doivent être appliquées.

9 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

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

- identification de l'échantillon;
- référence de la méthode utilisée;
- résultats, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;
- compte rendu de tous détails particuliers éventuels relevés au cours de l'essai;
- 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.

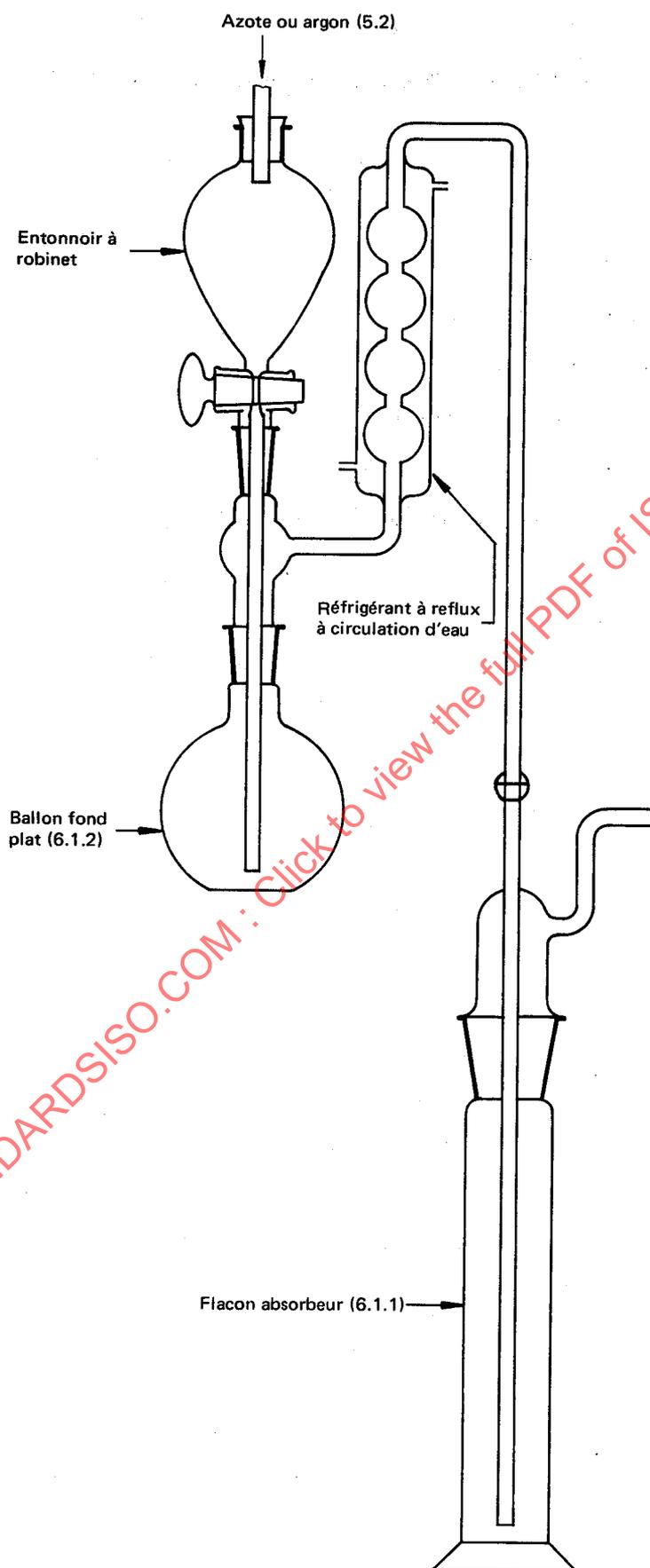


FIGURE – Appareil type pour le dégagement et l'absorption du gaz

ANNEXE

PUBLICATIONS ISO RELATIVES AUX SPATHS FLUOR POUR LA FABRICATION DE L'ACIDE FLUORHYDRIQUE

ISO 3703 – Détermination des agents de flottation.

ISO 4282 – Détermination de la perte de masse à 105 °C.

ISO 4283 – Dosage des carbonates – Méthode titrimétrique.

ISO 4284 – Dosage des sulfures – Méthode iodométrique.

ISO 5437 – Dosage du sulfate de baryum – Méthode gravimétrique.

ISO 5438 – Dosage de la silice – Méthode photométrique au molybdosilicate réduit.

ISO 5439 – Dosage du fluor utilisable – Méthode potentiométrique après distillation.

STANDARDSISO.COM : [Click to view the full PDF of ISO 4284:1978](#)