
NORME INTERNATIONALE 4285

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

Acide phosphorique à usage industriel – Guide technique pour l'échantillonnage

Phosphoric acid for industrial use – Guide to sampling techniques

Première édition – 1977-12-01

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 4285:1977](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5d617785-aa63-40d9-b43e-2f5ff641f87/iso-4285-1977)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5d617785-aa63-40d9-b43e-2f5ff641f87/iso-4285-1977>



CDU 661.634 : 620.11

Réf. n° : ISO 4285-1977 (F)

Descripteurs : acide phosphorique, échantillonnage, analyse chimique.

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 4285 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 47, *Chimie*, et a été soumise aux comités membres en octobre 1975.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

Afrique du Sud, Rép. d'	France	Pologne
Allemagne	Hongrie	Roumanie
Australie	Inde	Royaume-Uni
Autriche	Israël	Suisse
Belgique	Italie	Tchécoslovaquie
Brésil	Mexique	Turquie
Finlande	Pays-Bas	U.R.S.S.

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

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

Acide phosphorique à usage industriel – Guide technique pour l'échantillonnage

1 OBJET

La présente Norme internationale représente un guide technique concernant le mode opératoire et les précautions à prendre, pour l'exécution des prélèvements, la préparation et la conservation des échantillons en vue de l'appréciation de la qualité d'un lot d'acide phosphorique à usage industriel.

2 DOMAINE D'APPLICATION

Ce guide technique pour l'échantillonnage est applicable aux acides ortho- et polyphosphoriques de voie thermique et de voie humide, ainsi qu'aux acides phosphoriques cristallisés.

L'échantillonnage des acides de voie humide est particulièrement délicat en raison de la présence fréquente d'un précipité plus ou moins abondant et plus ou moins difficile à mettre en suspension.

3 RÉFÉRENCES

ISO 683/XIII, *Acier pour traitement thermique, aciers alliés et aciers pour décolletage – Treizième partie : Aciers corroyés inoxydables.*

ISO 3165, *Échantillonnage des produits chimiques à usage industriel – Sécurité dans l'échantillonnage.*

ISO . . ., *Produits chimiques – Techniques de l'échantillonnage dans le cas des liquides mobiles et des solides rendus mobiles.*¹⁾

4 CONDITIONNEMENT

Les acides phosphoriques sont livrés généralement par gros conteneurs ou citernes mobiles (camions, wagons, bateaux-citernes) dont chacun peut former un lot, et, plus rarement, par conteneurs plus petits (par exemple, capacité inférieure à 1 000 l).

5 APPAREILLAGE

5.1 Pour prélèvements

5.1.1 Sonde d'échantillonnage ou **bouteille lestée**, en acier inoxydable conforme aux exigences du type 20a de l'ISO 683/XIII (voir ISO . . .).

5.1.2 Récipients, en plastique (polyéthylène, polypropylène, polystyrène), dans le cas où les acides sont à une température inférieure à 50 °C, mais en acier inoxydable conforme aux exigences du type 20a de l'ISO 683/XIII, pour les acides à une température supérieure à 50 °C.

Les bouchons des conteneurs en plastique ne doivent pas contenir de métal.

NOTE – L'utilisation de flacons en verre pour prélever et conserver des échantillons n'est pas recommandé, car il peut se former un film adhérent aux parois et formant des fluorosilicates par attaque du verre par l'acide fluorhydrique présent dans les acides phosphoriques.

5.2 Pour homogénéisation dans le récipient de livraison

Parmi les moyens disponibles pour homogénéiser, les meilleures chances de succès sont les suivantes :

5.2.1 Agitateur mécanique (par exemple de type à hélice), dans le cas de conteneurs de dimensions réduites.

5.2.2 Système d'agitation par barbotage d'air, ou pompage en circuit fermé, dans le cas des gros conteneurs et citernes.

NOTES

1 Le système d'agitation par barbotage d'air est le plus simple et le plus pratique et peut, en plus, être adapté à la forme du réservoir par l'utilisation d'une rampe de barbotage. Il peut cependant provoquer un dégazage de fluorure d'hydrogène et de fluorosilicate ou une variation de la teneur en eau.

L'agitation par pompage en circuit fermé, pourvu que le débit de la pompe soit suffisamment important, est sans doute le système le plus efficace.

2 L'agitateur mécanique et le barboteur d'air devraient être en acier inoxydable du type résistant à l'acide ou être revêtus de plastique. Pour les acides à forte concentration, il faut utiliser de l'air sec. Si la méthode de pompage en circuit fermé a été retenue, il faut se rappeler que les acides phosphoriques concentrés peuvent être cristallisés jusqu'à une température de 28 °C; par conséquent, des précautions devraient être prises pour faciliter l'écoulement et le rinçage des tuyaux et pompes.

1) En préparation.

5.3 Autre matériel (pour acides cristallisés)

5.3.1 Système de chauffage approprié : cannes chauffantes, enveloppes chauffantes, etc.

Des précautions doivent être prises lors de l'emploi de cannes chauffantes, de serpentins à vapeur et d'enveloppes chauffantes, car il se produit toujours une importante corrosion lorsque la température de surface dépasse 80 °C. La température à laquelle se produit une attaque significative est en outre considérablement diminuée en présence d'halogènes. Il est recommandé d'utiliser de l'eau chaude dans des serpentins en acier résistant à l'acide.

6 MODE OPÉRATOIRE

6.1 Mesures de sécurité

AVERTISSEMENT – Effectuer les différentes opérations d'échantillonnage de l'acide phosphorique avec toutes précautions concernant la sécurité. En particulier, le port de lunettes protectrices et de gants anti-acides est obligatoire. Consulter aussi l'ISO 3165.

6.2 Échantillonnage des acides de voie thermique

Ces acides étant normalement exempts de dépôts, leur échantillonnage ne présente pas de difficultés particulières. Opérer selon la technique générale spécifiée dans l'ISO . . .

6.3 Échantillonnage des acides de voie humide

Ces acides contiennent généralement un précipité qui s'accroît au cours du temps et qui est constitué principalement de sulfate de calcium (gypse), de fluorosilicates et de phosphates (calcium, fer, aluminium, etc.). L'échantillonnage est délicat : il dépend de la concentration de l'acide, du temps de stockage (si c'est un acide «vieux», le précipité peut être abondant et plus ou moins aggloméré) et de la taille des récipients (agitation plus difficile dans les gros conteneurs).

La technique courante consiste à agiter de la façon la plus efficace possible l'acide à échantillonner, de façon à mettre le précipité éventuel totalement en suspension (l'homogénéisation complète peut, dans certains cas, demander 8 h) et, si possible, à effectuer les prélèvements tout en maintenant l'agitation.

6.3.1 Cas des gros conteneurs et citernes mobiles

C'est le cas le plus fréquent.

Éventuellement le lot, ou la livraison, peut être constitué par un seul réservoir.

L'échantillonnage peut être effectué, selon accord entre les parties intéressées, soit au remplissage, soit à la vidange de chaque réservoir.

6.3.1.1 PRÉLÈVEMENTS

6.3.1.1.1 Après remplissage ou avant vidange

Agiter le contenu du réservoir, par le moyen le plus efficace dont on dispose (voir 5.2) et maintenir l'agitation pendant les prélèvements.

Effectuer les prélèvements prévus dans le plan d'échantillonnage¹⁾, à l'aide de la sonde d'étalonnage ou de la bouteille lestée (voir 5.1) en suivant la méthode spécifiée dans l'ISO . . . , en fonction de la forme du réservoir.

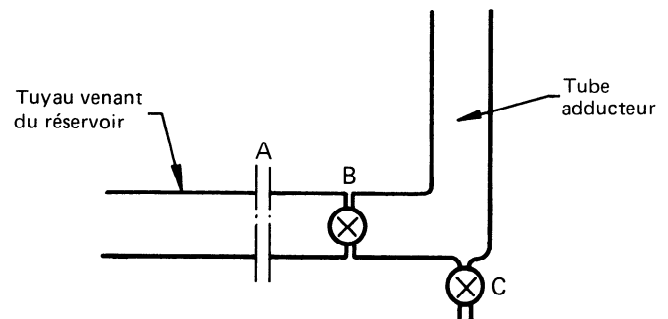
En général on effectue, selon la taille du réservoir, sa forme et l'emplacement des ouvertures, une ou plusieurs séries de trois prélèvements élémentaires : fond, mi-hauteur, surface, en opérant comme spécifié dans l'ISO . . .

6.3.1.1.2 En cours de transfert

Il est particulièrement avantageux et pratique d'effectuer les prélèvements au cours du remplissage ou de la vidange du réservoir, cela permettant généralement d'obtenir un échantillon plus représentatif.

Agiter le produit en amont de la canalisation de transfert, c'est-à-dire dans la cuve de stockage lors du remplissage du réservoir, ou dans le réservoir lors de sa vidange.

En général, on effectue trois prélèvements élémentaires : début du transfert, mi-transfert, fin du transfert. À cet effet, opérer comme suit : Relier le tuyau venant du réservoir à la vanne d'admission à la bride A. Fermer la vanne d'écoulement C et ouvrir la vanne d'admission B. Mettre en marche la pompe du réservoir. Pour prélever un échantillon, arrêter la pompe du réservoir et fermer rapidement la vanne B. Ouvrir ensuite rapidement la vanne C (cette vanne est normalement utilisée pour évacuer la canalisation d'arrivée), et effectuer le prélèvement de l'échantillon d'acide.



¹⁾ Le plan d'échantillonnage dépend des caractéristiques particulières de l'acide à échantillonner et devrait, par ailleurs, être établi sur des bases statistiques conformément aux Normes internationales actuellement à l'étude.

6.3.1.1.3 *Dans tous les cas*

Recueillir quantitativement (sans perte de précipité) les divers prélèvements dans des récipients en plastique ou en acier inoxydable (voir 5.1.2). Éviter, si possible, le stockage en récipients en acier inoxydable, d'échantillons de tout acide dont la teneur en halogènes est importante (supérieure à 100 mg/kg).

6.3.1.2 PRÉPARATION DES PRÉLÈVEMENTS REPRÉSENTATIFS DU RÉSERVOIR (OU ÉCHANTILLONS DE RÉSERVOIR) ET DES ÉCHANTILLONS GLOBAUX

Opérer comme indiqué dans l'ISO . . . , mais en ayant particulièrement soin d'homogénéiser aussi bien que possible les prélèvements élémentaires avant de les mélanger en proportions convenables. Dans le cas où les prélèvements ont été faits en cours de transfert, les mélanger en masses proportionnelles au débit.

NOTE – Si les prélèvements sont à analyser séparément, ne pas les mélanger, mais les conserver tels quels comme échantillons partiels.

Préparer et conserver les échantillons dans des récipients en plastique (voir 5.1.2).

6.3.1.3 PRÉPARATION DES ÉCHANTILLONS POUR LABORATOIRE

Homogénéiser au mieux l'échantillon global (qui peut être l'échantillon de réservoir dans le cas d'un réservoir unique) et en prélever autant de fractions que nécessaire, de volume convenable selon les indications du plan d'échantillonnage, pour que chaque laboratoire concerné reçoive

- un échantillon pour titre, sur lequel pourront éventuellement être faites d'autres déterminations,
- un échantillon pour d'autres déterminations,

et qu'un ou plusieurs échantillons supplémentaires soient conservés pour les cas de litige.

Traiter tous ces échantillons de façon à obtenir une solution dans laquelle le précipité éventuel aura été complètement dissous par une méthode convenable.

Conserver les échantillons dans des récipients en plastique (voir 5.1.2).

6.3.2 *Cas des conteneurs plus petits* (par exemple de capacité inférieure à 1 000 l)

Homogénéiser le contenu des récipients à échantillonner. Si l'on est en présence d'un précipité non dispersable

par agitation (éventualité particulièrement défavorable), il peut être possible de déterminer la proportion de boues et d'échantillonner séparément le liquide surnageant et les boues.

6.3.2.1 EXAMEN PRÉALABLE DU CONTENU DES RÉCIPIENTS

Avant de procéder à l'échantillonnage proprement dit, effectuer un examen préalable du contenu des récipients à échantillonner comme indiqué dans l'ISO . . .

Selon les observations faites, deux cas peuvent se présenter :

- a) la présence d'un précipité qui peut être mis en suspension par agitation;
- b) la présence d'un précipité, plus ou moins abondant, qui est dense ou aggloméré, et qui ne peut pas être dispersé par agitation.

6.3.2.2 ÉCHANTILLONNAGE

Dans les premier cas, a), procéder à l'échantillonnage, comme pour les gros réservoirs (voir 6.3.1.1.1), en opérant sous agitation, ou, si c'est impossible, aussitôt après agitation.

NOTE L'acide phosphorique étant assez visqueux, le précipité, s'il est facilement dispersable, peut se maintenir très longtemps en suspension.

S'il s'agit de petits réservoirs (quelques centaines de litres) dans lesquels l'agitation peut être très efficace, on pourra se contenter de faire un seul prélèvement par récipient à échantillonner.

Dans le second cas, b), laisser décanter le contenu des récipients à échantillonner, déterminer la proportion de phase liquide et de boues dans les récipients à échantillonner (ou au moins dans quelques-uns d'entre eux), et s'efforcer d'échantillonner séparément les deux phases.

6.4 Échantillonnage des acides cristallisés

Les acides cristallisés entrent dans la catégorie des solides pouvant être rendus mobiles par chauffage.

Effectuer l'échantillonnage comme spécifié dans l'ISO . . .

7 PROCÈS-VERBAL D'ÉCHANTILLONNAGE

Établir ce procès-verbal conformément à l'ISO . . .

ANNEXE

PUBLICATIONS ISO RELATIVES À L'ACIDE PHOSPHORIQUE À USAGE INDUSTRIEL

ISO 848 – Dosage du calcium – Méthode titrimétrique.

ISO 849 – Dosage du fer – Méthode photométrique au bipyridyle-2,2'.

ISO 2997 – Dosage des sulfates – Méthode par réduction et titrimétrie.

ISO 3359 – Dosage de l'arsenic – Méthode photométrique au diéthylthiocarbamate d'argent.

ISO 3360 – Dosage du fluor – Méthode photométrique au complexone d'alizarine et nitrate de lanthane.*

ISO 3361 – Dosage de la silice soluble – Méthode spectrophotométrique au molybdosilicate réduit.

ISO 3706 – Dosage de l'oxyde de phosphore(V) total – Méthode gravimétrique au phosphomolybdate de quinoléine.*

ISO 3707 – Dosage du calcium – Méthode par absorption atomique dans la flamme.*

ISO 3708 – Dosage des chlorures – Méthode potentiométrique.*

ISO 3709 – Dosage des oxydes d'azote – Méthode spectrophotométrique au xylénol-3,4.*

ISO 4285 – Guide technique pour l'échantillonnage.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 4285:1977](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5d617785-aa63-40d9-b43e-2f5ffe41f87/iso-4285-1977)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5d617785-aa63-40d9-b43e-2f5ffe41f87/iso-4285-1977>

* Applicable également à l'acide phosphorique pour les industries alimentaires.

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4285:1977

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5d617785-aa63-40d9-b43e-2f5ffe41f87/iso-4285-1977>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4285:1977

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5d617785-aa63-40d9-b43e-2f5ffe41f87/iso-4285-1977>