
NORME INTERNATIONALE 5440

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

Hexafluorosilicate de sodium à usage industriel — Dosage des phosphates — Méthode spectrophotométrique au molybdovanadate

Sodium hexafluorosilicate for industrial use — Determination of phosphate content — Molybdovanadate spectrophotometric method

(standards.iteh.ai)

Première édition — 1978-10-01

ISO 5440:1978

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/53c12140-e04a-4593-8ffe-00dc311e2c6a/iso-5440-1978>

CDU 661.488 : 546.185 : 543.42

Réf. n° : ISO 5440-1978 (F)

Descripteurs : composé chimique, fluorosilicate de sodium, analyse chimique, dosage, phosphate, méthode spectrophotométrique.

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 5440 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'	France	Roumanie
Allemagne	Hongrie	Royaume-Uni
Belgique	Inde	Suisse
Brésil	Israël	Tchécoslovaquie
Chili	Mexique	Thaïlande
Corée, Rép. de	Pays-Bas	Turquie
Égypte, Rép. arabe d'	Philippines	U.R.S.S.
Espagne	Pologne	Yougoslavie

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

Hexafluorosilicate de sodium à usage industriel – Dosage des phosphates – Méthode spectrophotométrique au molybdovanadate

AVERTISSEMENT – L'hexafluorosilicate de sodium est toxique s'il est absorbé. Il faut éviter d'en respirer la poussière. Empêcher tout contact avec les yeux et la peau. Les opérateurs devront se laver soigneusement après manipulation du produit, et devront porter un appareil respiratoire et des lunettes protectrices lorsqu'ils manipuleront le produit réduit en poudre.

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme internationale spécifie une méthode spectrophotométrique au molybdovanadate pour le dosage des phosphates dans l'hexafluorosilicate de sodium à usage industriel.

La méthode est applicable aux produits dont la teneur en phosphates, exprimés en P_2O_5 , est comprise entre 0,005 et 0,05 % (m/m).

2 RÉFÉRENCE

ISO 5444, *Hexafluorosilicate de sodium à usage industriel – 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 5444).

4 PRINCIPE

Dissolution d'une prise d'essai dans une solution diluée d'acide chlorhydrique et d'acide nitrique. Formation du molybdovanadate jaune et mesurage spectrophotométrique à une longueur d'onde aux environs de 420 nm. Calcul de la teneur en phosphates, exprimée en P_2O_5 , à partir de l'absorbance mesurée.

NOTE – Avec l'emploi du complexe molybdovanadique, au lieu du complexe bleu molybdique, il n'est pas nécessaire d'éliminer le fluorosilicate; il n'y a donc pas lieu de procéder à une réduction.

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 chlorhydrique, ρ 1,19 g/ml environ, solution à 38 % (m/m) environ.

5.2 Acide nitrique, ρ 1,40 g/ml environ, solution à 68 % (m/m) environ.

5.3 Molybdovanadate d'ammonium, solution nitrique.

Dissoudre 20 g de molybdate d'ammonium tétrahydraté $[(NH_4)_2MoO_4 \cdot 4H_2O]$ dans 500 ml environ d'eau, en chauffant. Après dissolution, ajouter 1 g de métavanadate d'ammonium (NH_4VO_3) et laisser dissoudre. Refroidir la solution et ajouter, par petites quantités et en agitant, 150 ml de la solution d'acide nitrique (5.2). Refroidir la solution, compléter le volume à 1 000 ml avec de l'eau et homogénéiser.

5.4 Phosphate, solution étalon correspondant à 0,10 g de P_2O_5 par litre.

Peser, à 0,001 g près, 1,92 g de dihydrogénophosphate de potassium (KH_2PO_4), les dissoudre dans de l'eau, dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser.

Introduire, immédiatement avant l'emploi, 10,0 ml de cette solution dans une fiole jaugée de 100 ml, compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon correspond à 0,10 mg de P_2O_5 .

6 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et

6.1 Spectrophotomètre, équipé de cuves de 1 cm de parcours optique.

7 MODE OPÉRATOIRE

7.1 Prise d'essai

Dans un bécher de 250 ml, peser, à 0,001 g près $10 \pm 0,1$ g de l'échantillon pour essai, séché à 105 °C (voir chapitre 3).

7.2 Essai à blanc

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

7.3 Préparation de la solution d'essai

Dans le bécher contenant la prise d'essai (7.1), ajouter 100 ml d'eau, 10 ml de la solution d'acide chlorhydrique (5.1) et 10 ml de la solution d'acide nitrique (5.2). Placer un verre de montre sur le bécher et chauffer durant 10 min pour faire digérer la prise d'essai. Laisser refroidir. En l'absence de résidu insoluble, transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 250 ml. En cas de présence d'un résidu insoluble, le filtrer, laver le filtrat à plusieurs reprises avec de l'eau en recueillant le filtrat et les liquides de lavage dans une fiole jaugée de 250 ml. Compléter au volume et homogénéiser.

7.4 Établissement de la courbe d'étalonnage

7.4.1 Préparation des solutions témoins, se rapportant à des mesurages spectrophotométriques effectués en cuves de 1 cm de parcours optique.

Dans une série de onze fioles jaugées de 100 ml, introduire les volumes de la solution étalon de phosphate (5.4) indiqués dans le tableau suivant :

Solution étalon de phosphate (5.4)	Masse correspondante de P ₂ O ₅
ml	mg
0*	0
1,0	0,10
2,0	0,20
3,0	0,30
4,0	0,40
5,0	0,50
6,0	0,60
7,0	0,70
8,0	0,80
9,0	0,90
10,0	1,0

* Solution de compensation.

Traiter le contenu de chaque fiole de la façon suivante. Amener le volume à 50 ml environ avec de l'eau, ajouter 2 ml de la solution d'acide chlorhydrique (5.1) et 2 ml de la solution d'acide nitrique (5.2). Enfin, ajouter 25 ml de la solution de molybdovanadate d'ammonium (5.3) et homogénéiser. Compléter au volume, homogénéiser et laisser reposer durant 10 min au moins.

7.4.2 Mesurages spectrophotométriques

Effectuer les mesurages spectrophotométriques à l'aide du spectrophotomètre (6.1), à une longueur d'onde aux environs de 420 nm et dans des cuves de 1 cm de parcours optique, après avoir ajusté l'appareil au zéro d'absorbance par rapport à l'eau.

7.4.3 Tracé de la courbe

Déduire l'absorbance de la solution de compensation de

celles des solutions témoins. Tracer une courbe en portant, par exemple, sur l'axe des abscisses, le nombre de milligrammes de P₂O₅ contenu dans 100 ml de solution témoin et, sur l'axe des ordonnées, les valeurs correspondantes des absorbances.

7.5 Dosage

7.5.1 Développement de la coloration

Introduire 50,0 ml de la solution d'essai (7.3) dans une fiole jaugée de 100 ml, ajouter 25 ml de la solution de molybdovanadate d'ammonium (5.3), compléter au volume, homogénéiser et laisser reposer durant 10 min au moins.

7.5.2 Mesurages spectrophotométriques

Effectuer les mesurages spectrophotométriques de la solution d'essai et de la solution de l'essai à blanc (7.2), après développement de la coloration, suivant les modalités spécifiées en 7.4.2.

8 EXPRESSION DES RÉSULTATS

Au moyen de la courbe d'étalonnage (7.4.3), déterminer les masses de P₂O₅ correspondant aux absorbances des parties aliquotes de la solution d'essai et de celle de l'essai à blanc prélevées pour le développement de la coloration.

La teneur en phosphates, exprimée en pourcentage en masse de P₂O₅, est donnée par la formule

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

où

*m*₀ est la masse, en grammes, de la prise d'essai (7.1);

*m*₁ est la masse, en milligrammes, de P₂O₅ trouvée dans la partie aliquote de la solution d'essai prélevée pour le développement de la coloration;

*m*₂ est la masse, en milligrammes, de P₂O₅ trouvée dans la partie aliquote correspondante de la solution de l'essai à blanc.

9 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

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

- a) identification de l'échantillon;
- b) référence de la méthode utilisée;
- c) résultats, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;
- d) compte rendu de tous détails particuliers éventuels relevés au cours de l'essai;
- e) 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 À L'HEXAFLUROSILICATE DE SODIUM À USAGE INDUSTRIEL

- ISO 4281 – Détermination de l'acidité libre et de la teneur en hexafluorosilicate total – Méthode titrimétrique.
- ISO 5440 – Dosage des phosphates – Méthode spectrophotométrique au molybdovanadate.
- ISO 5443 – Dosage du fer – Méthode spectrophotométrique à la phénanthroline-1,10.
- ISO 5444 – Détermination de la perte de masse à 105 °C.
- ISO 5915 – Analyse granulométrique – Méthode par tamisage.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 5440:1978](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/53c12140-e04a-4593-8ffe-00dc311e2c6a/iso-5440-1978)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/53c12140-e04a-4593-8ffe-00dc311e2c6a/iso-5440-1978>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 5440:1978

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/53c12140-e04a-4593-8ffe-00dc311e2c6a/iso-5440-1978>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 5440:1978

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/53c12140-e04a-4593-8ffe-00dc311e2c6a/iso-5440-1978>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 5440:1978

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/53c12140-e04a-4593-8ffe-00dc311e2c6a/iso-5440-1978>