
Norme internationale



5930

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

Cryolithe, naturelle et artificielle, et fluorure d'aluminium à usage industriel — Dosage du phosphore — Méthode photométrique au molybdophosphate réduit

Cryolite, natural and artificial, and aluminium fluoride for industrial use — Determination of phosphorus content — Reduced molybdophosphate photometric method

Première édition — 1979-07-15 **(standards.iteh.ai)**

[ISO 5930:1979](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6a8a2a56-a912-4eaf-a2ff-2628b1790374/iso-5930-1979)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6a8a2a56-a912-4eaf-a2ff-2628b1790374/iso-5930-1979>

CDU 553.634 + 661.862.36 : 543.847

Réf. n° : ISO 5930-1979 (F)

Descripteurs : cryolithe, fluorure d'aluminium, analyse chimique, dosage, phosphore, méthode spectrophotométrique, phosphomolybdate réduit.

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 5930 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 47, *Chimie*, et a été soumise aux comités membres en septembre 1977.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée : [ISO 5930:1979](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6a8a2a56-a912-4eaf-a2ff-2628b1000000/iso-5930-1979)

| | | |
|-------------------------|------------------|-----------------|
| Afrique du Sud, Rép. d' | Hongrie | Portugal |
| Allemagne, R.F. | Inde | Roumanie |
| Autriche | Israël | Suède |
| Belgique | Italie | Suisse |
| Bésil | Kenya | Tchécoslovaquie |
| Bulgarie | Nouvelle-Zélande | Turquie |
| Chili | Pays-Bas | URSS |
| Égypte, Rép. arabe d' | Philippines | USA |
| France | Pologne | Yougoslavie |

Le comité membre du pays suivant l'a désapprouvée pour des raisons techniques :

Royaume-Uni

Cryolithe, naturelle et artificielle, et fluorure d'aluminium à usage industriel — Dosage du phosphore — Méthode photométrique au molybdophosphate réduit

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode photométrique au molybdophosphate réduit, pour le dosage du phosphore dans la cryolithe, naturelle et artificielle, et dans le fluorure d'aluminium principalement utilisés pour la production de l'aluminium.

La méthode est applicable aux produits dont la teneur en phosphore, exprimé en P_2O_5 , est égale ou supérieure à 0,002 % (m/m).

2 Références

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

ISO 2925, *Fluorure d'aluminium à usage industriel — Préparation et conservation des échantillons pour essai*.

3 Principe

Fusion alcaline d'une prise d'essai avec un mélange formé de carbonate de sodium et d'acide borique, et reprise de la masse fondue par l'acide nitrique.

Sur une partie aliquote appropriée, neutralisation par une solution d'hydroxyde de sodium. Réaction avec une solution acide de molybdate d'ammonium à pH inférieur ou égal à 0,3, pour former un complexe molybdophosphate.

Réduction par un mélange formé de disulfite de sodium et d'acide amino-4 hydroxy-3 naphthalène sulfonique-1, et mesurage photométrique du complexe réduit à une longueur d'onde aux environs de 662 nm.

4 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.

4.1 Carbonate de sodium, anhydre.

4.2 Acide borique.

4.3 Acide nitrique, solution à 515 g/l environ.

Diluer 540 ml d'une solution d'acide nitrique, $\rho \approx 1,40$ g/ml, solution à 68 % (m/m) environ, avec de l'eau, compléter le volume à 1 000 ml et homogénéiser.

4.4 Molybdate d'ammonium, solution acide à 25 g/l.

Dissoudre 25 g de molybdate d'ammonium tétrahydraté $[(NH_4)_6Mo_7O_{24} \cdot 4H_2O]$ dans 200 ml d'eau à 60 °C environ. Refroidir et compléter le volume à 1 000 ml avec une solution d'acide sulfurique à 490 g/l environ.

Conserver la solution dans un récipient en matière exempte de phosphore.

4.5 Solution réductrice.

Dissoudre 1,75 g de sulfite de sodium (Na_2SO_3) dans 20 ml d'eau. Ajouter, à la solution, 0,35 g d'acide amino-4 hydroxy-3 naphthalène sulfonique-1 ($C_{10}H_9NO_4S$).

Préparer séparément une solution de 22,5 g de disulfite de sodium anhydre ($Na_2S_2O_5$) dans 200 ml d'eau.

Transvaser les deux solutions dans une fiole jaugée de 250 ml, compléter au volume et homogénéiser.

4.6 Hydroxyde de sodium, solution à 400 g/l environ.

4.7 Phosphore, solution étalon correspondant à 0,100 g de P_2O_5 par litre.

Peser, à 0,000 1 g près, 0,194 4 g de dihydrogénophosphate de sodium monohydraté ($NaH_2PO_4 \cdot H_2O$) et le dissoudre dans de l'eau. Transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 0,100 mg de P_2O_5 .

4.8 Phosphore, solution étalon correspondant à 0,010 g de P_2O_5 par litre.

Prélever 50 ml de la solution étalon de phosphore (4.7), les introduire dans une fiole jaugée de 500 ml, compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 0,010 mg de P_2O_5 .

iTeh STANDARD
(standards.iteh.ai)

ISO 5930:1979

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6a8a2a50-a912-4ca1-a211-2679b1728744/iso-5930-1979>

4.9 Phénolphtaléine, solution à 10 g/l dans de l'éthanol à 95 % (V/V).

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Creuset ou capsule en platine, de diamètre inférieur 60 mm environ, de diamètre supérieur 80 mm environ et de hauteur 35 mm environ, avec couvercle en platine.

5.2 Brûleur à gaz, pouvant atteindre une température de 800 °C.

5.3 Spectrophotomètre, ou

5.4 Photomètre, muni de filtres assurant un maximum de transmission aux environs de 662 nm.

6 Mode opératoire

6.1 Établissement de la courbe d'étalonnage

6.1.1 Préparation des solutions témoins, se rapportant à des mesurages photométriques effectués en cuves de 4 ou 5 cm d'épaisseur.

Dans une série de six fioles jaugées de 100 ml, introduire les volumes de la solution étalon de phosphore (4.8) indiqués dans le tableau suivant :

| Solution étalon de phosphore (4.8) | Masse correspondante de P ₂ O ₅ |
|------------------------------------|---|
| ml | mg |
| 0 * | 0 |
| 2,0 | 0,020 |
| 5,0 | 0,050 |
| 10,0 | 0,100 |
| 15,0 | 0,150 |
| 20,0 | 0,200 |

* Solution de compensation.

6.1.2 Développement de la coloration

Traiter chacune des solutions témoins (6.1.1) de la façon suivante.

Ajouter, dans chaque fiole, 10 ml de la solution acide de molybdate d'ammonium (4.4). Amener le volume à 80 ml avec de l'eau et ajouter 2 ml de la solution réductrice (4.5). Compléter au volume et homogénéiser. Laisser reposer à l'abri de la lumière durant 30 min.

6.1.3 Mesurages photométriques

Effectuer les mesurages photométriques au moyen du spectro-photomètre (5.3) réglé à la longueur d'onde correspondant au maximum d'absorption (aux environs de 662 nm), ou du photomètre (5.4) muni de filtres convenables, après avoir ajusté l'appareil au zéro d'absorbance par rapport à l'eau.

6.1.4 Tracé de la courbe

Déduire l'absorbance de la solution de compensation (voir 6.1.1) de celle de chacune des solutions témoins (6.1.1). Tracer un graphique en portant, par exemple, sur l'axe des abscisses, les teneurs en P₂O₅, exprimées en milligrammes par 100 ml de solution témoin, et, sur l'axe des ordonnées, les valeurs correspondantes des absorbances.

6.2 Dosage

6.2.1 Prise d'essai

Peser, à 0,001 g près, 2 g de l'échantillon pour laboratoire (voir ISO 1619 pour la cryolithe, ou ISO 2925 pour le fluorure d'aluminium) préalablement séché à 110 °C et broyé.

6.2.2 Préparation de la solution d'essai

Mélanger soigneusement, au moyen d'une petite spatule en platine, dans le creuset ou la capsule en platine (5.1), la prise d'essai (6.2.1) avec 12 g du carbonate de sodium (4.1) et 4 g de l'acide borique (4.2).

Couvrir le creuset ou la capsule avec son couvercle et le (la) chauffer à 800 °C environ durant 15 min avec le brûleur à gaz (5.2), en opérant sous une hotte bien ventilée. Laisser refroidir et ajouter, dans le creuset ou dans la capsule, par petites fractions, 40 ml de la solution d'acide nitrique (4.3). Chauffer la solution jusqu'à début d'ébullition durant quelques minutes et la transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 250 ml. Laisser refroidir, compléter au volume et homogénéiser.

6.2.3 Développement de la coloration

Prélever, à la pipette, une partie aliquote appropriée de la solution d'essai (6.2.2) et l'introduire dans une fiole jaugée de 100 ml. Ajouter 3 gouttes de la solution de phénolphtaléine (4.9) et neutraliser avec la solution d'hydroxyde de sodium (4.6). Ajouter 10 ml de la solution acide de molybdate d'ammonium (4.4) et amener le volume à 80 ml avec de l'eau; le pH de cette solution doit être égal ou inférieur à 0,3. Ajouter 2 ml de la solution réductrice (4.5), compléter au volume et homogénéiser. Laisser reposer à l'abri de la lumière durant 30 min.

6.2.4 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.

6.2.5 Mesurages photométriques

Effectuer les mesurages photométriques sur la solution d'essai (6.2.2) et sur celle de l'essai à blanc (6.2.4) selon les modalités spécifiées en 6.1.3, après avoir ajusté l'appareil au zéro d'absorbance par rapport à l'eau.

7 Expression des résultats

Au moyen de la courbe d'étalonnage (6.1.4), déterminer les masses de P_2O_5 correspondant aux valeurs des absorbances mesurées sur la solution d'essai et sur celle de l'essai à blanc.

La teneur en phosphore, exprimée en pourcentage en masse d'oxyde de phosphore(V) (P_2O_5), est donnée par la formule

$$(m_1 - m_2) \times \frac{250}{V} \times \frac{1}{1\,000} \times \frac{100}{m_0}$$

$$= \frac{25 (m_1 - m_2)}{m_0 V}$$

où

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai (6.2.1);

m_1 est la masse, en milligrammes, de P_2O_5 trouvée dans la

partie aliquote de la solution d'essai prélevée pour le dosage;

m_2 est la masse, en milligrammes, de P_2O_5 trouvée dans la partie aliquote correspondante de la solution de l'essai à blanc;

V est le volume, en millilitres, de la partie aliquote de la solution d'essai prélevée pour le dosage.

8 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 les Normes internationales auxquelles il est fait référence, ou de toutes opérations facultatives.

ISO 5930:1979

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6a8a2a56-a912-4eaf-a2ff-2628b1790374/iso-5930-1979>

Annexe

Publications ISO relatives à la cryolithe, naturelle et artificielle, et au fluorure d'aluminium à usage industriel

Cryolithe, naturelle et artificielle

- ISO 1619 — Préparation et conservation des échantillons pour essai.
- ISO 1620 — Dosage de la silice — Méthode spectrophotométrique au molybdosilicate réduit.
- ISO 1693 — Dosage du fluor — Méthode de Willard-Winter modifiée.
- ISO 1694 — Dosage du fer — Méthode photométrique à la phénanthroline-1,10.
- ISO 2366 — Dosage du sodium — Méthodes par spectrophotométrie de flamme (émission) et par absorption atomique.
- ISO 2367 — Dosage de l'aluminium — Méthode gravimétrique à l'hydroxy-8 quinoléine.
- ISO 2830 — Dosage de l'aluminium — Méthode par absorption atomique.
- ISO 3391 — Dosage du calcium — Méthode par absorption atomique dans la flamme.
- ISO 3392 — Dosage de l'eau — Méthode électrométrique.
- ISO 3393 — Détermination de l'humidité — Méthode gravimétrique.
- ISO 4277 — Évaluation de la teneur en fluorures libres — Méthode titrimétrique conventionnelle.
- ISO 4280 — Dosage des sulfates — Méthode gravimétrique à l'état de sulfate de baryum.
- ISO 5930 — Dosage du phosphore — Méthode photométrique au molybdophosphate réduit.
- ISO 5938 — Dosage du soufre — Méthode par spectrométrie de fluorescence X.
- ISO 6374 — Dosage du phosphore — Méthode par spectrométrie d'absorption atomique.

Fluorure d'aluminium à usage industriel

- ISO 2362 — Dosage du fluor — Méthode de Willard-Winter modifiée.
- ISO 2368 — Dosage du fer — Méthode photométrique à la phénanthroline-1,10.
- ISO 2369 — Dosage de la silice — Méthode spectrophotométrique au complexe silicomolybdique réduit.
- ISO 2925 — Préparation et conservation des échantillons pour essai.
- ISO 3392 — Dosage de l'eau — Méthode électrométrique.
- ISO 3393 — Détermination de l'humidité — Méthode gravimétrique.
- ISO 4279 — Dosage du sodium — Méthode par spectrophotométrie de flamme en émission.
- ISO 4280 — Dosage des sulfates — Méthode gravimétrique à l'état de sulfate de baryum.
- ISO 5930 — Dosage du phosphore — Méthode photométrique au molybdophosphate réduit.
- ISO 5938 — Dosage du soufre — Méthode par spectrométrie de fluorescence X.
- ISO 6374 — Dosage du phosphore — Méthode par spectrométrie d'absorption atomique.

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 5930:1979

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6a8a2a56-a912-4eaf-a2ff-2628b1790374/iso-5930-1979>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 5930:1979

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6a8a2a56-a912-4eaf-a2ff-2628b1790374/iso-5930-1979>