



Cryolithe, naturelle et artificielle, et fluorure d'aluminium à usage industriel — Dosage du phosphore — Méthode par spectrométrie d'absorption atomique après extraction

Cryolite, natural and artificial, and aluminium fluoride for industrial use — Determination of phosphorus content — Atomic absorption spectrometric method after extraction

Première édition — 1981-10-15

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 6374:1981](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/133fd310-f048-4512-92f4-4291130b7093/iso-6374-1981>



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 6374 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 47, *Chimie*, et a été soumise aux comités membres en mai 1980.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée : [ISO 6374:1981](#)

Afrique du Sud, Rép. d'	Égypte, Rép. arabe d'	Philippines
Allemagne, R. F.	France	Pologne
Australie	Hongrie	Roumanie
Autriche	Inde	Royaume-Uni
Belgique	Irlande	Suisse
Brésil	Italie	Tchécoslovaquie
Chine	Mexique	URSS
Corée, Rép. de	Pays-Bas	

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

Cryolithe, naturelle et artificielle, et fluorure d'aluminium à usage industriel — Dosage du phosphore — Méthode par spectrométrie d'absorption atomique après extraction

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode par spectrométrie d'absorption atomique après extraction, pour le dosage du phosphore dans la cryolithe, naturelle et artificielle, et dans le fluorure d'aluminium à usage industriel.

La méthode est applicable aux produits dont la teneur en phosphore, exprimée en P_2O_5 , est comprise entre 5 et 60 mg/kg.

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 d'une prise d'essai avec du carbonate de sodium et de l'acide borique et reprise par l'acide perchlorique. Formation du complexe molybdophosphate d'ammonium et extraction du complexe par l'acétate d'isobutyle.

Nébulisation de la solution au sein d'une flamme acétylène-monoxys de diazote et dosage du molybdène et, par voie indirecte, du phosphore, par mesurage de l'absorption de la raie 379,8 nm, émise par une lampe à cathode creuse au molybdène.

4 Réactifs et produits

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau bidistillée.

4.1 Carbonate de sodium décahydraté.

4.2 Acide borique.

4.3 Acétate d'isobutyle [$CH_3CO_2CH_2CH(CH_3)_2$].

4.4 Heptamolybdate d'ammonium tétrahydraté (molybdate d'ammonium) $[(NH_4)_6Mo_7O_{24} \cdot 4H_2O]$, solution à 10,7 g/l.

4.5 Acide perchlorique, solution à 500 g/l environ.

Diluer 215 ml d'acide perchlorique, ρ 1,68 g/ml, solution à 70 % (m/m) environ, à 500 ml.

4.6 Acide perchlorique, solution à 200 g/l environ.

Diluer 87 ml d'acide perchlorique, ρ 1,68 g/ml, solution à 70 % (m/m) environ, à 500 ml.

4.7 Phosphore, solution étalon correspondant à 1,000 g de P par litre.

Peser, à 0,000 1 g près, 4,393 6 g de dihydrogéné-orthophosphate de potassium (KH_2PO_4) et les dissoudre dans un peu d'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 1 mg de P.

4.8 Phosphore, solution étalon correspondant à 0,050 g de P par litre.

Prélever 50,0 ml de la solution étalon de phosphore (4.7), les introduire dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 50 μ g de P.

Conserver cette solution dans un flacon en plastique approprié.

4.9 Phosphore, solution étalon correspondant à 0,002 g de P par litre.

Prélever 20,0 ml de la solution étalon de phosphore (4.8), les introduire dans une fiole jaugée de 500 ml, compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 2 μ g de P.

Préparer cette solution au moment de l'emploi.

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Creuset en platine, de capacité 40 ml environ.

5.2 Ampoules à décanter, munies de bouchons rodés en verre, de capacité 100 ml.

5.3 Spectromètre d'absorption atomique, muni d'un brûleur alimenté en acétylène et en monoxyde de diazote.

5.4 Lampe à cathode creuse au molybdène.

5.5 Dispositif pour secouer les ampoules à décanter.

6 Mode opératoire

6.1 Prise d'essai

Peser, à 0,001 g près, 1 g environ de l'échantillon pour essai séché, préparé suivant l'ISO 1619 pour la cryolithe, ou suivant l'ISO 2925 pour le fluorure d'aluminium.

NOTE — Suivant la teneur présumée en phosphore de l'échantillon, la masse de la prise d'essai peut être augmentée à 2 g environ ou réduite, s'il y a lieu.

6.2 Établissement de la courbe d'étalonnage

Établir une courbe d'étalonnage chaque fois qu'une série d'échantillons est soumise à l'analyse.

6.2.1 Préparation des solutions témoins

6.2.1.1 Formation du complexe molybdophosphate d'ammonium

Dans une série de six ampoules à décanter (5.2), introduire les quantités de réactifs indiquées dans le tableau ci-dessous. Après dissolution complète, traiter chaque ampoule (volume total 20 ml) de la manière suivante. Ajouter 10 ml de la solution de paramolybdate d'ammonium (4.4) et mélanger. Laisser repo-

ser durant 15 min pour avoir la certitude que la réaction de formation du complexe molybdophosphate est complète.

6.2.1.2 Extraction du complexe

Ajouter, dans chaque ampoule à décanter, 20,0 ml de l'acétate d'*isobutyle* (4.3) et agiter durant 5 min en utilisant le dispositif (5.5). Laisser reposer durant 10 min, soutirer et rejeter la phase aqueuse. Ajouter 10 ml de la solution d'acide perchlorique (4.6), agiter durant 5 min, puis laisser reposer durant 10 min. Soutirer et rejeter la phase aqueuse.

Utiliser la phase organique pour les mesurages spectrométriques.

NOTES

1 Le carbonate de sodium et l'acide borique solides ajoutés sont facilement solubles dans l'eau et dans la solution d'acide perchlorique.

2 La courbe d'étalonnage est linéaire entre 0,1 et 2,0 µg de P par millilitre. Dans cet intervalle, d'autres solutions témoins, plus concentrées que celles indiquées dans le tableau, peuvent être utilisées afin de faciliter la détermination de teneurs plus élevées en phosphore.

3 L'acidité (1,8 à 2,4 mol de H⁺ par litre) et le volume initial (20 ml) des solutions témoins (6.2.1), ainsi que la partie aliquote de la solution d'essai (6.3.1), ont été choisies pour obtenir des absorbances maximales et constantes.

4 La solution peut être agitée manuellement si l'on ne dispose pas d'un agitateur mécanique.

5 Prélever la phase organique de l'ampoule à l'aide d'une pipette afin d'éviter le contact avec la surface interne du tube d'évacuation de l'ampoule, sur laquelle pourraient adhérer des traces de molybdène.

6.2.2 Mesurages spectrométriques

6.2.2.1 Réglage de l'appareillage

Monter la lampe à cathode creuse au molybdène (5.4) sur l'appareil (5.3), mettre l'appareil sous tension et le laisser se stabiliser. Régler l'appareil de manière à avoir le maximum d'absorption à une longueur d'onde aux environs de 379,8 nm, ainsi que la sensibilité et la fente suivant les caractéristiques de l'appareil. Régler la pression de l'acétylène et du monoxyde de diazote suivant les caractéristiques du nébulisateur/brûleur, de manière à obtenir une flamme oxydante et claire.

Nébuliser de l'acétate d'*isobutyle* (4.3) et régler à nouveau l'alimentation des gaz combustibles.

Solution témoin n°	Carbonate de sodium (4.1)	Acide borique (4.2)	Eau	Solution d'acide perchlorique (4.5)	Solution étalon de phosphore (4.9)	Masse de P dans 20 ml
	mg	mg	ml	ml	ml	µg
0 *	360	280	12	8	0	0
1	360	280	11	8	1,00	2
2	360	280	10	8	2,00	4
3	360	280	9	8	3,00	6
4	360	280	8	8	4,00	8
5	360	280	7	8	5,00	10

* Essai à blanc des réactifs pour l'étalonnage.

6.2.2.2 Mesurages

Nébuliser au sein de la flamme la série des solutions témoins (6.2.1) et mesurer l'absorbance de chacune d'elles. Avoir soin de maintenir constant le débit de solution nébulisée pendant cette série de mesurages.

NOTE — L'absorbance de la solution de l'essai à blanc des réactifs pour l'étalonnage ne doit pas être supérieure à 50 % de celle de la solution témoin n° 1.

6.2.3 Tracé de la courbe

Tracer un graphique en portant, par exemple, sur l'axe des abscisses, les masses de P, exprimées en microgrammes, contenues dans 20 ml de solution témoin et, sur l'axe des ordonnées, les valeurs correspondantes des absorbances mesurées, diminuées de l'absorbance mesurée sur la solution de l'essai à blanc des réactifs pour l'étalonnage.

6.3 Dosage

6.3.1 Préparation de la solution d'essai

Placer la prise d'essai (6.1) dans le creuset en platine (5.1); ajouter 0,9 g du carbonate de sodium (4.1) et 0,7 g de l'acide borique (4.2) et mélanger à l'aide d'une spatule en platine. Chauffer doucement le creuset et son contenu durant 5 min sur une petite flamme, puis de façon plus intense, jusqu'à fusion du mélange, donnant une masse fondue claire. Laisser refroidir, ajouter, dans le creuset, 20 ml de la solution d'acide perchlorique (4.5) et chauffer légèrement pour dissoudre la masse solidifiée. Transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 50 ml et, après refroidissement à la température ambiante, compléter au volume et homogénéiser.

Prélever 20,0 ml de cette solution et les introduire dans l'une des ampoules à décanter (5.2), ajouter 10 ml de la solution de paramolybdate d'ammonium (4.4), agiter et laisser reposer durant 15 min.

Poursuivre comme spécifié en 6.2.1.2.

6.3.2 Mesurages spectrométriques

En suivant les modalités spécifiées en 6.2.2.2 afin d'assurer autant que possible les mêmes conditions pour l'étalonnage, le dosage et le blanc, en particulier en ce qui concerne la vitesse de nébulisation, déterminer, dans l'ordre, les absorbances de

- l'une des solutions témoins (6.2.1);
- la solution d'essai (6.3.1);
- la solution de l'essai à blanc (6.4).

6.4 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 (6.1).

7 Expression des résultats

Au moyen de la courbe d'étalonnage (6.2.3), déterminer les masses de P 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 milligrammes de P_2O_5 par kilogramme, est donnée par la formule

$$\frac{m_1 - m_2}{1\,000} \times \frac{50}{20} \times \frac{1\,000}{m_0} \times 2,29$$

$$= 5,725 \times \frac{(m_1 - m_2)}{m_0}$$

ou

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai (6.1);

m_1 est la masse, en microgrammes, de P trouvée dans la solution d'essai (6.3.1);

m_2 est la masse, en microgrammes, de P trouvée dans la solution de l'essai à blanc (6.4);

2,29 est le facteur de conversion de P en P_2O_5 .

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

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 molybdosphosphate réduit.
- ISO 5938 — Dosage du soufre — Méthode par spectrométrie de fluorescence X.
- ISO 6374 — Dosage du phosphore — Méthode par spectrométrie d'absorption atomique après extraction.

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 après extraction.

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6374:1981

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/133fd310-f048-4512-92f4-4291130b7093/iso-6374-1981>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6374:1981

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/133fd310-f048-4512-92f4-4291130b7093/iso-6374-1981>