
Norme internationale



6676

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

**Spaths fluor pour la fabrication de l'acide fluorhydrique —
Dosage du phosphore total — Méthode photométrique au
molybdophosphate**

Acid-grade fluorspar — Determination of total phosphorus content — Molybdophosphate photometric method

Première édition — 1981-11-01

CDU 553.634 : 543.42 : 546.18

Réf. n° : ISO 6676-1981 (F)

Descripteurs : fluorite, analyse chimique, dosage, phosphore, 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 6676 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 47, *Chimie*, et a été soumise aux comités membres en novembre 1979.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

| | | |
|------------------------|-----------------------|-----------------|
| Afrique du Sud, Rép.d' | Égypte, Rép. arabe d' | Suède |
| Allemagne, R.F. | France | Suisse |
| Australie | Hongrie | Tchécoslovaquie |
| Autriche | Italie | Thaïlande |
| Belgique | Pologne | URSS |
| Bulgarie | Portugal | Yougoslavie |
| Chine | Roumanie | |
| Corée, Rép. de | Royaume-Uni | |

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

Inde

Spaths fluor pour la fabrication de l'acide fluorhydrique — Dosage du phosphore total — Méthode photométrique au molybdophosphate

AVERTISSEMENT — La manipulation du chloroforme et de l'acide fluorhydrique présente certains dangers (voir notes en 4.1 et 4.5).

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode photométrique au molybdophosphate, pour le dosage du phosphore total dans les spaths fluor pour la fabrication de l'acide fluorhydrique.

La méthode est applicable aux produits dont la teneur en phosphore total, exprimé en PO_4^{3-} , est comprise entre 0,02 et 1,0 % (m/m).

2 Références

ISO 565, *Tamis de contrôle — Toiles métalliques et tôles perforées — Dimensions nominales des ouvertures.*

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

3 Principe

Élimination de la silice d'une prise d'essai par traitement, tout d'abord avec une solution d'acide fluorhydrique et ensuite avec une solution d'acide sulfurique. Dissolution du résidu et préparation de la solution d'essai. Formation du complexe molybdophosphate jaune et mesurage photométrique de l'absorbance de ce complexe à une longueur d'onde aux environs de 330 nm, après extraction avec un mélange formé de butanol-1 et de chloroforme.

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 Butanol-1/chloroforme, mélange solvant.

Mélanger des volumes égaux des deux réactifs.

NOTE — Nocif par inhalation. Éviter le contact avec la peau et les yeux.

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

4.3 Acide nitrique, solution à 315 g/l environ.

4.4 Acide sulfurique, ρ 1,84 g/ml environ, solution à 96 % (m/m) environ.

4.5 Acide fluorhydrique, ρ 1,14 g/ml environ, solution à 40 % (m/m) environ.

NOTE — Très toxique par inhalation, contact avec la peau et par ingestion. Provoque de graves brûlures.

Conserver le récipient bien fermé dans un endroit bien ventilé. En cas de contact avec les yeux, laver immédiatement et abondamment avec de l'eau et consulter un spécialiste.

Porter un vêtement de protection et des gants appropriés. En cas d'accident ou de malaise, consulter immédiatement un médecin (si possible lui montrer l'étiquette).

4.6 Molybdate de sodium dihydraté ($\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), solution à 30 g/l environ.

4.7 Phosphore, solution étalon correspondant à 0,100 g de PO_4^{3-} par litre.

Sécher préalablement du dihydrogène-orthophosphate de potassium (KH_2PO_4) par chauffage durant 2 h dans l'étuve (5.1) réglée à 105 ± 2 °C. Laisser refroidir en dessiccateur. Peser, à 0,000 2 g près, 0,143 3 g du produit séché et le transférer quantitativement dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Dissoudre dans de l'eau, compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 100 μg de PO_4^{3-} .

4.8 Phosphore, solution étalon correspondant à 0,010 g de PO_4^{3-} par litre.

Transvaser 100,0 ml de la solution étalon de phosphore (4.7) dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 10 μg de PO_4^{3-} .

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Étuve électrique, réglable à 105 ± 2 °C.

5.2 Capsule en platine, de diamètre 90 mm environ.

5.3 Spectrophotomètre, ou

5.4 Photomètre, muni de filtres assurant un maximum de transmission aux environs de 330 nm.

5.5 Cuves optiques, en silice, de 1 cm et 4 ou 5 cm d'épaisseurs.

6 Échantillon pour essai

Utiliser, comme échantillon pour essai, le résidu provenant de la détermination de la perte de masse à 105 °C (voir ISO 4282).

7 Mode opératoire

7.1 Prise d'essai

Broyer, dans un mortier en agate, quelques grammes de l'échantillon pour essai (chapitre 6) jusqu'à passage au tamis de 63 µm d'ouverture de maille (voir ISO 565). Sécher le produit broyé durant 2 h dans l'étuve (5.1) réglée à 105 ± 2 °C, laisser refroidir dans un dessiccateur et en peser, à 0,000 2 g près, 0,1 g environ dans la capsule en platine (5.2).

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 Établissement de la courbe d'étalonnage

Établir des courbes d'étalonnage pour les gammes suivantes de teneurs en phosphore, exprimé en PO_4^{3-} :

- 0,02 à 0,2 % (m/m) (courbe d'étalonnage A);
- 0,2 à 1,0 % (m/m) (courbe d'étalonnage B).

7.3.1 Préparation des solutions témoins

Dans une série de fioles jaugées de 500 ml, introduire les volumes de la solution étalon appropriée de phosphore (4.7 ou 4.8) indiqués dans le tableau suivant :

| Pour la courbe d'étalonnage A | | Pour la courbe d'étalonnage B | |
|------------------------------------|-------------------------------------|------------------------------------|-------------------------------------|
| Solution étalon de phosphore (4.8) | Masse correspondante de PO_4^{3-} | Solution étalon de phosphore (4.7) | Masse correspondante de PO_4^{3-} |
| ml | µg | ml | µg |
| 0* | 0 | 0* | 0 |
| 2,0 | 20,0 | 2,0 | 200,0 |
| 5,0 | 50,0 | 4,0 | 400,0 |
| 10,0 | 100,0 | 6,0 | 600,0 |
| 15,0 | 150,0 | 8,0 | 800,0 |
| 20,0 | 200,0 | 10,0 | 1 000,0 |

* Essai à blanc des réactifs pour l'étalonnage.

Traiter chacune de ces solutions de la façon suivante.

Amener le volume à 200 ml environ avec de l'eau, ajouter 50 ml de la solution d'acide nitrique (4.3), 50 ml de la solution de molybdate de sodium (4.6), compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser. Transvaser une partie aliquote de 100,0 ml de cette solution dans une ampoule à décanter de 200 ml, ajouter 20 ml du mélange solvant (4.1) et agiter durant 1 min environ. Laisser les couches se séparer et filtrer la couche inférieure sur un papier filtre, en recueillant le filtrat dans une fiole jaugée de 50 ml. Répéter l'extraction et la filtration avec 20 ml supplémentaires du mélange solvant et rincer enfin le papier filtre avec quelques millilitres du mélange solvant, en recueillant le filtrat dans la même fiole. Compléter au volume avec le mélange solvant et homogénéiser.

7.3.2 Mesurages photométriques

Effectuer les mesurages photométriques au moyen du spectrophotomètre (5.3) réglé à une longueur d'onde aux environs de 330 nm, ou du photomètre (5.4) muni de filtres appropriés, après avoir, dans chaque cas, ajusté l'appareil au zéro d'absorbance par rapport au mélange solvant (4.1). Utiliser les cuves de 4 ou 5 cm d'épaisseur pour l'établissement de la courbe d'étalonnage A et les cuves de 1 cm d'épaisseur pour l'établissement de la courbe d'étalonnage B.

Retrancher l'absorbance de la solution de l'essai à blanc des réactifs pour l'étalonnage de celles des solutions témoins (7.3.1).

7.3.3 Tracé des courbes

Pour chaque gamme de teneurs en phosphore, tracer un graphique en portant, par exemple, sur l'axe des abscisses, les masses, exprimées en microgrammes, de PO_4^{3-} contenues dans 500 ml de solution témoin (7.3.1) et, sur l'axe des ordonnées, les valeurs nettes correspondantes des absorbances.

7.4 Dosage

7.4.1 Préparation de la solution d'essai

Traiter la prise d'essai (7.1) dans la capsule en platine (5.2) de la façon suivante.

Ajouter 10 ml de la solution d'acide fluorhydrique (4.5), évaporer avec précaution jusqu'à siccité sur une plaque chauffante

sous une hotte bien ventilée, et laisser refroidir. Répéter cette opération avec 10 ml supplémentaires de la solution d'acide fluorhydrique. Ajouter 10 ml de la solution d'acide sulfurique (4.4) et évaporer jusqu'à ce que le contenu de la capsule soit juste humide. Laisser refroidir.

Si nécessaire, éliminer tout produit organique présent (ce qui serait indiqué par une coloration brune) en ajoutant quelques gouttes de la solution d'acide nitrique (4.2) et en chauffant. Laisser refroidir de nouveau.

Ajouter 50 ml de la solution d'acide nitrique (4.3) et 50 ml d'eau, chauffer doucement durant quelques minutes et transvaser quantitativement le contenu de la capsule dans un bécher de 400 ml. Chauffer le bécher, faire bouillir doucement durant 30 min environ, de façon à dissoudre le résidu. Laisser refroidir et transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 500 ml. Amener le volume à 200 ml environ avec de l'eau, puis ajouter 50 ml de la solution de molybdate de sodium (4.6). Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser. Laisser tout précipité qui se formerait, se déposer, ou bien le séparer au moyen d'une centrifugeuse.

Transvaser une partie aliquote de 100,0 ml de cette solution dans une ampoule à décanter de 200 ml et, à l'aide du mélange solvant (4.1), effectuer l'extraction comme spécifié en 7.3.1.

7.4.2 Mesurages photométriques

En utilisant les cuves de 1 cm d'épaisseur pour des teneurs en PO_4^{3-} comprises entre 0,02 et 0,2 % (m/m) et les cuves de 4 ou 5 cm d'épaisseur pour des teneurs en PO_4^{3-} comprises entre 0,2 et 1,0 % (m/m), effectuer les mesurages photométriques sur les extraits obtenus à partir de la solution d'essai (7.4.1) et de la solution de l'essai à blanc (7.2), en suivant les modalités spécifiées en 7.3.2, après avoir ajusté l'appareil au zéro d'absorbance par rapport au mélange solvant (4.1).

8 Expression des résultats

Au moyen de la courbe d'étalonnage appropriée, déterminer les

masses de PO_4^{3-} correspondant aux valeurs des absorbances mesurées sur la solution d'essai et sur celle de l'essai à blanc.

La teneur en phosphore total, exprimée en pourcentage en masse de PO_4^{3-} , est donnée par la formule

$$\frac{(m_1 - m_2)}{10^6} \times \frac{100}{m_0}$$

$$= \frac{(m_1 - m_2)}{m_0 \times 10^4}$$

où

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai (7.1);

m_1 est la masse, en microgrammes, de PO_4^{3-} trouvée dans 500 ml de la solution d'essai (7.4.1);

m_2 est la masse, en microgrammes, de PO_4^{3-} trouvée dans 500 ml de la solution de l'essai à blanc (7.2).

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 l'ISO 4282 à laquelle il est fait référence, ou de toutes opérations facultatives.