
Norme internationale



6678

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

Acide phosphorique à usage industriel — Dosage du plomb — Méthode par spectrométrie d'absorption atomique

Phosphoric acid for industrial use — Determination of lead content — Atomic absorption spectrometric method

Première édition — 1981-10-15

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 6678:1981](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f523bdb5-90ce-46e1-b83f-c4f97d5f3494/iso-6678-1981)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f523bdb5-90ce-46e1-b83f-c4f97d5f3494/iso-6678-1981>

CDU 661.634 : 543.422 : 546.815

Réf. n° : ISO 6678-1981 (F)

Descripteurs : produit industriel, composé chimique, acide phosphorique, analyse chimique, dosage, plomb, méthode spectroscopique d'absorption atomique.

Prix basé sur 2 pages

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 6678 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 47, *Chimie*, et a été soumise aux comités membres en décembre 1979.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

[ISO 6678:1981](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/523bdb5-90ce-46e1-b83f-c497d53494/iso-6678-1981)

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

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

Acide phosphorique à usage industriel — Dosage du plomb — Méthode par spectrométrie d'absorption atomique

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode par spectrométrie d'absorption atomique pour le dosage du plomb dans l'acide phosphorique à usage industriel.

La méthode est applicable aux acides phosphoriques ayant des teneurs en plomb supérieures à 0,1 mg/kg.

2 Référence

ISO 4285, *Acide phosphorique à usage industriel — Guide technique pour l'échantillonnage.*

3 Principe

Extraction du plomb d'une prise d'essai diluée dans une solution de diéthylthiocarbamate de diéthylammonium dans le xylène. Séparation de l'extrait xylénique et nébulisation de celui-ci dans la flamme air-acétylène d'un spectromètre d'absorption atomique.

4 Réactifs et matériaux

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 Acide chlorhydrique, ρ 1,19 g/ml environ, solution à 38 % (m/m) environ ne contenant pas plus de 0,005 mg de plomb (Pb) par kilogramme.

4.2 Xylène.

AVERTISSEMENT — Le xylène est inflammable et nocif par inhalation. Éviter le contact avec la peau et les yeux.

4.3 Diéthylthiocarbamate de diéthylammonium, solution à 10 g/l dans le xylène.

Dissoudre 2,5 g de diéthylthiocarbamate de diéthylammonium dans 250 ml de xylène (4.2).

4.4 Acide ascorbique, solution à 100 g/l.

Préparer au moment de l'emploi pour chaque série d'essais.

4.5 Plomb, solution étalon correspondant à 1,4 g de plomb par litre.

Peser à 0,000 1 g près, 0,559 8 g de nitrate de plomb $Pb(NO_3)_2$ et les dissoudre dans 100 ml environ d'eau. Transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 250 ml. Compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 1,4 mg de Pb.

4.6 Plomb, solution étalon correspondant à 7 mg de plomb par litre.

Introduire 5,00 ml de la solution étalon de plomb (4.5) dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 7 μ g de Pb.

Préparer cette solution le jour même de son utilisation.

4.7 Acétylène, comprimé (par exemple en bouteille).

4.8 Air, comprimé (par exemple en bouteille).

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, en verre exempt de plomb, préalablement lavé avec une solution chaude d'acide chlorhydrique dilué et de l'eau, et

5.1 Spectromètre d'absorption atomique, équipé d'une lampe à cathode creuse au plomb et d'un brûleur alimenté par un mélange air-acétylène.

6 Mode opératoire

6.1 Prise d'essai

Peser à 0,005 g près, 2,5 g d'acide phosphorique de qualité technique, ou 25,0 g d'acide phosphorique de haute pureté (voir ISO 4285).

Si un essai préliminaire fait apparaître une teneur en plomb supérieure au domaine couvert par la courbe d'étalonnage, réduire en conséquence la masse de la prise d'essai.

6.2 Essai à blanc

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

6.3 Préparation de la courbe d'étalonnage

6.3.1 Préparation des solutions étalons

Dans une série de six ampoules à décanter de capacité 250 ml, munies d'un bouchon, introduire dans chacune 9 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.1), 150 ml environ d'eau et 5 ml de la solution d'acide ascorbique (4.4). Ajouter ensuite des volumes de la solution étalon de plomb (4.6) indiqués dans le tableau suivant.

Solution étalon de plomb (4.6)	Masse correspondante de plomb
ml	µg
0,00*	0
1,00	7
2,00	14
3,00	21
4,00	28
5,00	35

* Essai à blanc des réactifs de la courbe d'étalonnage.

Diluer chaque solution à 200 ml avec de l'eau. Ajouter 5,00 ml de la solution de diéthylthiocarbamate de diéthylammonium (4.3). Boucher chaque ampoule à décanter et agiter durant 30 s. Laisser décanter, rejeter la couche aqueuse et transvaser la couche xylénique dans un bécher en verre de 10 ml.

Il n'est pas nécessaire de récupérer complètement la couche xylénique.

6.3.2 Mesurages spectrométriques

Mettre en marche le spectromètre (5.1) comme indiqué dans la notice d'installation et laisser se stabiliser la température. Régler la longueur d'onde à 217 nm ou, en alternative, à 283 nm environ et régler la sensibilité et la largeur de la fente selon les caractéristiques de l'appareil. Régler la pression de l'air (4.8) et celle de l'acétylène (4.7) suivant les caractéristiques du nébuliseur et du brûleur, de façon à fournir une flamme légèrement oxydante quand le xylène est nébulisé à raison de 4 à 5 ml/min.

Nébuliser dans la flamme la couche xylénique obtenue à partir de chaque solution étalon et mesurer leurs absorbances. S'assurer de la constance du débit de solution nébulisée pendant toute la durée de l'exécution des mesurages. Nébuliser du xylène après chaque mesure.

6.3.3 Tracé de la courbe d'étalonnage

Tracer un graphique en portant par exemple sur l'axe des abscisses les masses de plomb (Pb) exprimées en microgrammes, dans les solutions témoins et, sur l'axe des ordonnées, les

absorbances correspondantes, après avoir déduit l'absorbance de la solution de l'essai à blanc des réactifs de la courbe d'étalonnage (terme zéro).

6.4 Dosage

6.4.1 Préparation de la solution d'essai

Dissoudre la prise d'essai (6.1) dans 150 ml environ d'eau. Ajouter 9 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.1). Transvaser quantitativement la solution dans une ampoule à décanter de 250 ml et ajouter 5 ml de la solution d'acide ascorbique (4.4). Diluer à 200 ml avec de l'eau et homogénéiser. Ajouter 5,00 ml de la solution de diéthylthiocarbamate de diéthylammonium (4.3) et agiter durant 30 s. Séparer la couche xylénique comme indiqué en 6.3.1.

6.4.2 Mesurages spectrométriques

Mesurer les absorbances des extraits xyléniques de la solution d'essai et de celui de l'essai à blanc, conformément à la procédure spécifiée en 6.3.2, au second alinéa «Nébuliser dans la flamme la couche . . .».

7 Expression des résultats

La teneur en plomb, exprimée en milligrammes par kilogramme, est donnée par la formule

$$\frac{m_1 - m_2}{m_0}$$

où

m_1 est la masse, en microgrammes, de plomb correspondant à l'absorbance mesurée de la solution d'essai;

m_2 est la masse, en microgrammes, de plomb correspondant à l'absorbance mesurée de la solution de l'essai à blanc;

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

8 Procès-verbal d'essai

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

- l'identification de l'échantillon;
- la référence de la méthode utilisée;
- les résultats, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;
- le compte-rendu de tous détails particuliers éventuels relevés au cours de l'essai;
- le compte rendu de toutes opérations non prévues dans la présente Norme internationale ou dans la norme à laquelle il est fait référence, ou de toutes opérations facultatives.