
Norme internationale



7058

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

Acide phosphorique à usage industriel — Dosage des sulfates solubles à teneur élevée — Méthode titrimétrique après réduction

Phosphoric acid for industrial use — Determination of higher soluble sulfate contents — Titrimetric method after reduction

Première édition — 1983-10-15

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 7058:1983](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4af7a32e-be2d-4e58-9827-8a385a4ee20b/iso-7058-1983>

CDU 661.634 : 543.24 : 546.226

Réf. n° : ISO 7058-1983 (F)

Descripteurs : produit industriel, composé minéral de phosphore, acide phosphorique, analyse chimique, dosage, produit en solution, sulfate, méthode volumétrique.

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 7058 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 47, *Chimie*, et a été soumise aux comités membres en mai 1982.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

[ISO 7058:1983](#)

Afrique du Sud, Rép. d'	Égypte, Rép. arabe d'	Pays-Bas
Allemagne, R. F.	Espagne	Pologne
Autriche	France	Portugal
Belgique	Hongrie	Roumanie
Chine	Inde	Tchécoslovaquie
Corée, Rép. de	Italie	Thaïlande
Corée, Rép. dém. p. de	Mexique	URSS

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4af7a32e-be2d-4e58-9827-6a385a1e1209/iso-7058-1983>

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

Australie

Acide phosphorique à usage industriel — Dosage des sulfates solubles à teneur élevée — Méthode titrimétrique après réduction

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode titrimétrique, après réduction, pour le dosage des sulfates solubles dans l'acide phosphorique technique à usage industriel, par exemple l'acide obtenu par voie humide.

La méthode est applicable aux produits dont la teneur en sulfate, exprimé en SO_4^{2-} , est comprise entre 0,2 et 6 % (m/m).

NOTE — Tous les sulfures, et tous les composés qui seront réduits en sulfure par la méthode de réduction, seront inclus dans le résultat.

2 Références

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

ISO 6228, *Produits chimiques à usage industriel — Méthode générale de dosage, à l'état de sulfate, de traces de composés soufrés, par réduction et titrimétrie.*

3 Principe

Réduction du sulfate présent dans une prise d'essai en sulfure par un mélange formé d'acide iodhydrique et d'acide phosphinique (hypophosphoreux). Absorption du sulfure d'hydrogène dégagé dans un excès d'une solution d'acétate de cadmium. Oxydation du sulfure de cadmium formé par un excès d'une solution titrée d'iodate/iodure de potassium et titrage de l'excès d'iode par une solution titrée de thiosulfate de sodium, en présence d'empois d'amidon comme indicateur.

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 Azote, exempt d'oxygène, contenu dans une bouteille munie d'un détendeur.

4.2 Acide chlorhydrique, $c(\text{HCl}) \approx 4 \text{ mol/l}$.

4.3 Acide iodhydrique-acide phosphinique ($\text{HI} + \text{H}_3\text{PO}_2$), solution réductrice.

Voir ISO 6228, réactif 4.4.

4.4 Acétate de cadmium, solution ammoniacale.

Peser, à 0,01 g près, 16,4 g d'acétate de cadmium dihydraté $[\text{Cd}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}]$, les introduire dans une fiole jaugée de 1 000 ml et dissoudre dans 100 à 200 ml d'eau. Ajouter 600 ml d'une solution d'ammoniaque, ρ 0,88 g/ml environ, compléter au volume et homogénéiser.

4.5 Iodate/iodure de potassium, solution titrée, $c(1/6 \text{ KIO}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$.

Peser, à 0,000 1 g près, 3,567 g d'iodate de potassium, préalablement séché à 120 °C et refroidi en dessiccateur, et les introduire dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Ajouter 40 g environ d'iodure de potassium exempt d'iodate et 5 ml d'une solution d'hydroxyde de sodium à 40 g/l. Dissoudre dans de l'eau, compléter au volume et homogénéiser.

4.6 Thiosulfate de sodium, solution titrée, $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,1 \text{ mol/l}$.

4.6.1 Préparation

Dissoudre 25 g de thiosulfate de sodium pentahydraté ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) dans de l'eau. Transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 1 000 ml, ajouter 1 ml de chloroforme, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

4.6.2 Étalonnage

Ajouter, à 100 ml d'eau contenus dans une fiole conique de 250 ml munie d'un bouchon rodé, 10,0 ml de la solution titrée d'iodate/iodure de potassium (4.5) et 40 ml de l'acide chlorhydrique (4.2).

Boucher la fiole immédiatement et homogénéiser la solution. Titrer avec la solution de thiosulfate de sodium (4.6.1), en utilisant la burette (5.1), jusqu'à l'apparition d'une coloration jaune paille.

Ajouter 1 ml environ de la solution d'empois d'amidon (4.7) et poursuivre le titrage jusqu'à disparition de la coloration bleue.

4.6.3 Calcul de la concentration

La concentration c , exprimée en moles par litre, de la solution de thiosulfate de sodium est donnée par la formule

$$\frac{0,1 \times 10}{V} = \frac{1}{V}$$

où

V est le volume, en millilitres, de la solution de thiosulfate de sodium, utilisé pour le titrage;

0,1 est la concentration, en moles par litre, de la solution d'iodate/iodure de potassium (4.5);

10 est le volume, en millilitres, de la solution d'iodate/iodure de potassium (4.5), prélevé pour l'étalonnage (4.6.2).

4.7 Empois d'amidon, solution d'indicateur.

Triturer 1,0 g d'amidon soluble avec 5 ml d'eau et, en agitant, verser le mélange dans 100 ml d'eau bouillante. Faire bouillir durant quelques minutes et refroidir.

Renouveler cette solution après 2 semaines.

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Burette, de capacité 25 ml, graduée en 0,1 ml.

5.2 Appareil pour réduction et entraînement (voir figure 1 de l'ISO 6228, à titre d'exemple, pour un type d'appareil), dont le tube récepteur est remplacé par une fiole conique, de capacité 250 ml, munie d'un bouchon en verre rodé.

6 Échantillonnage

Prélever l'échantillon pour laboratoire conformément aux spécifications de l'ISO 4285.

7 Mode opératoire

7.1 Prise d'essai

Si la détermination des sulfates en solution est exigée, éliminer les matières en suspension de l'échantillon pour laboratoire (voir chapitre 6), soit en les filtrant à travers un papier filtre approprié ou un filtre en verre fritté de la série P 4 (dimension des pores 1,6 à 4 μm), soit par centrifugation à environ 20 000 min^{-1} et décantation.

Si la détermination des sulfates totaux est exigée, ne pas éliminer les matières en suspension et suivre les modalités spécifiées dans les chapitres appropriés de l'ISO 4285.

Peser par différence, à 0,001 g près, une prise d'essai inférieure ou égale à 1 ml et ne contenant pas plus de 90 mg de sulfate. Transvaser quantitativement celle-ci dans la fiole à réduction de l'appareil (5.2).

7.2 Dosage

Assembler l'appareil, plonger la fiole à réduction dans un bain d'eau bouillante à une profondeur d'au moins 70 mm.

Introduire 100 ml d'eau et 20 ml de la solution d'acétate de cadmium (4.4) dans la fiole conique de 250 ml (voir 5.2) et la placer dans une position telle que le tube de liaison plonge dans la solution d'acétate de cadmium destinée à recevoir le sulfure d'hydrogène provenant de la fiole à réduction.

Lorsque l'eau dans le bain se met à bouillir à nouveau, ajouter 10 ml de la solution réductrice (4.3) dans la fiole à réduction et faire passer un courant de l'azote (4.1) à travers l'appareil pour entraîner le sulfure d'hydrogène dans la solution d'acétate de cadmium.

Régler la vitesse de façon à obtenir un courant presque continu de 3 à 5 bulles par seconde dans la fiole réceptrice. Maintenir le courant d'azote et chauffer durant 25 min une fois que le sulfure d'hydrogène commence à être absorbé dans la fiole, ce qui est mis en évidence par le virage au jaune de la solution.

Faire passer alors un courant d'azote à travers l'ampoule à introduire durant 5 min environ.

Débrancher les différentes parties de l'appareil et laver le tube de liaison, à l'intérieur et à l'extérieur, avec quelques millilitres d'eau, en recueillant les eaux de lavage dans la fiole conique.

Pour les acides contenant jusqu'à 3 % de sulfate, ajouter 10,0 ml de la solution titrée d'iodate/iodure de potassium (4.5) dans la fiole; pour les acides contenant plus de 3 % de sulfate, ajouter 20,0 ml de la solution d'iodate/iodure de potassium. Ajouter rapidement 40 ml de l'acide chlorhydrique (4.2). Boucher la fiole immédiatement et la secouer durant 1 min.

Titre l'excès d'iode avec la solution titrée de thiosulfate de sodium (4.6), en utilisant la burette (5.1).

8 Expression des résultats

La teneur en sulfates, exprimée en pourcentage en masse de SO_4 , est donnée par la formule

$$\frac{(V_1 \times 0,1 - V_2 \times c) \times 100 \times 0,048}{m_0}$$

où

V_1 est le volume, en millilitres, de la solution titrée d'iodate/iodure de potassium (4.5) ajouté;

V_2 est le volume, en millilitres, de la solution titrée de thiosulfate de sodium (4.6), utilisé pour le titrage;

c est la concentration, en moles par litre, de la solution de thiosulfate de sodium (4.6);

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

0,1 est la concentration, en moles par litre, de la solution d'iodate/iodure de potassium (4.5);

0,048 est la masse, en grammes, de SO_4 correspondant à 1,00 ml de solution de thiosulfate de sodium, $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 1,000 \text{ mol/l}$.

NOTE — Si la solution titrée d'iodate/iodure de potassium employée n'a pas exactement la concentration prévue dans la liste des réactifs, une correction appropriée doit être appliquée.

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

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 7058:1983](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4af7a32e-be2d-4e58-9827-8a385a4ee20b/iso-7058-1983)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4af7a32e-be2d-4e58-9827-8a385a4ee20b/iso-7058-1983>

Annexe

Publications ISO relatives à l'acide phosphorique à usage industriel

- ISO 848 — Dosage du calcium — Méthode titrimétrique.
- ISO 849 — Dosage du fer — Méthode photométrique au bipyridile-2,2'.
- ISO 2997 — Dosage des sulfates — Méthode par réduction et titrimétrie.
- ISO 3359 — Dosage de l'arsenic — Méthode photométrique au diéthylthiocarbamate d'argent.
- ISO 3360 — Dosage du fluor — Méthode photométrique au complexe d'alizarine et nitrate de lanthane.*
- ISO 3361 — Dosage de la silice soluble — Méthode spectrophotométrique au molybdosilicate réduit.
- ISO 3706 — Dosage de l'oxyde de phosphore(V) total — Méthode gravimétrique au phosphomolybdate de quinoléine.*
- ISO 3707 — Dosage du calcium — Méthode par absorption atomique dans la flamme.*
- ISO 3708 — Dosage des chlorures — Méthode potentiométrique.*
- ISO 3709 — Dosage des oxydes d'azote — Méthode spectrophotométrique au xylénol-3,4.*
- ISO 4285 — Guide technique pour l'échantillonnage.
- ISO 6678 — Dosage du plomb — Méthode par spectrométrie d'absorption atomique.
- ISO 7058 — Dosage des sulfates solubles à teneur élevée — Méthode titrimétrique après réduction.
- ISO 7099 — Dosage du sulfure d'hydrogène — Méthode titrimétrique.*
- ISO 7100 — Dosage du vanadium — Méthode spectrométrique au phosphotungsto-vanadate.*

Bibliographie

- [1] LUKE, C. L., *Ind. Eng. Chem. Anal.*, **15**, 1943.
- [2] ARCHER, E. E., *Analyst*, **81**, 1956.

* Applicable également à l'acide phosphorique pour les industries alimentaires.

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 7058:1983

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4af7a32e-be2d-4e58-9827-8a385a4ee20b/iso-7058-1983>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 7058:1983

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4af7a32e-be2d-4e58-9827-8a385a4ee20b/iso-7058-1983>