
Norme internationale



7099

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

Acide phosphorique à usage industriel (y compris les industries alimentaires) — Dosage du sulfure d'hydrogène — Méthode titrimétrique

Phosphoric acid for industrial use (including foodstuffs) — Determination of hydrogen sulfide content — Titrimetric method

Première édition — 1983-10-15

standards.iteh.ai

[ISO 7099:1983](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bb66b10b-cfd3-4f01-b306-c04ace951795/iso-7099-1983)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bb66b10b-cfd3-4f01-b306-c04ace951795/iso-7099-1983>

CDU 661.634 : 543.24 : 546.211.1

Réf. n° : ISO 7099-1983 (F)

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

Prix basé sur 4 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 7099 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 :

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bb66b10b-cfd3-4f01-b306-c04ace9517/iso-7099-1983>

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

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

Australie

Acide phosphorique à usage industriel (y compris les industries alimentaires) – Dosage du sulfure d'hydrogène – Méthode titrimétrique

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode titrimétrique de dosage du sulfure d'hydrogène dans l'acide phosphorique à usage industriel (y compris les industries alimentaires).

La méthode est applicable aux produits dont la teneur en sulfure d'hydrogène, exprimé en H_2S , est égale ou supérieure à 0,05 mg/kg.

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

Entraînement du sulfure d'hydrogène présent dans une prise d'essai dans un courant d'azote et absorption dans une solution hydro-acétonique d'hydroxyde de sodium. Titrage des ions sulfure avec une solution titrée d'acétate de mercure(II), en présence de diphénylthiocarbazone (dithizone) 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, bouillie pour éliminer l'oxygène dissous et refroidie sous un courant de l'azote (4.2).

4.1 Acétone.

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

4.3 **Acide phosphorique**, ρ 1,75 g/ml, solution à 85 % (m/m) environ.

4.4 **Hydroxyde de sodium**, solution à 40 g/l.

4.5 **Sulfure de sodium**, solutions étalons de référence.

4.5.1 **Sulfure de sodium**, solution étalon correspondant à 1,70 g environ de H_2S par litre.

4.5.1.1 Préparation

Laver quelques cristaux de sulfure de sodium nonahydraté ($Na_2S \cdot 9H_2O$) avec de l'eau, dans un filtre à plaque frittée, pour éliminer les sulfites déposés sur la surface. Essuyer les cristaux avec du papier filtre et peser immédiatement 3,3 g du produit dans un bécher de 100 ml contenant de l'eau. Transvaser la solution dans une fiole jaugée de 250 ml préalablement balayée par de l'azote (4.2). Compléter au volume et homogénéiser.

4.5.1.2 Étalonage

Prélever 25,00 ml d'une solution titrée d'iode, $c(1/2 I_2) = 0,1$ mol/l, et les introduire dans une fiole à indice d'iode de 250 ml, contenant 20 ml de la solution d'acide phosphorique (4.3). Boucher la fiole et la refroidir sous eau courante. Ajouter, à la solution froide, 20,0 ml de la solution de sulfure de sodium (4.5.1.1), en maintenant la pointe de la pipette sous la surface du liquide, et homogénéiser. Titrer l'excès de la solution d'iode avec une solution titrée de thiosulfate de sodium, $c(Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O) = 0,1$ mol/l, en présence d'empois d'amidon comme indicateur.

4.5.1.3 Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc, en utilisant les mêmes volumes de la solution d'acide phosphorique (4.3) et de la solution titrée d'iode et en titrant avec la solution titrée de thiosulfate de sodium, mais en omettant l'ajout de la solution de sulfure de sodium.

4.5.1.4 Calcul de la concentration

La concentration c , exprimée en milligrammes de H_2S par millilitre, de la solution de sulfure de sodium est donnée par la formule

$$\frac{V_0 - V_1}{20} \times 1,703$$
$$= 0,08515 (V_0 - V_1)$$

où

V_0 est le volume, en millilitres, de la solution titrée de thiosulfate de sodium, utilisé pour l'essai à blanc (4.5.1.3);

V_1 est le volume, en millilitres, de la solution titrée de thio-sulfate de sodium, utilisé pour titrer l'excès d'iode ajouté à la solution de sulfure de sodium (4.5.1.1);

1,703 est la masse, en milligrammes, de sulfure d'hydrogène correspondant à 1,00 ml de solution de thiosulfate de sodium, $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,100 \text{ mol/l}$;

20 est le volume, en millilitres, de la solution de sulfure de sodium (4.5.1.1), prélevé pour l'étalonnage (4.5.1.2).

NOTE — Cette solution n'est pas stable. La conserver dans un flacon balayé par de l'azote (4.2) et bien bouché. Renouveler la solution tous les 3 jours.

4.5.2 Sulfure de sodium, solution étalon correspondant à 70 mg de H_2S par litre.

Prélever un volume, en millilitres, de la solution de sulfure de sodium (4.5.1), correspondant à 35,0 mg de H_2S et donné par la formule

$$\frac{35,0}{c}$$

où c est la concentration calculée en 4.5.1.4.

L'introduire dans une fiole jaugée de 500 ml préalablement balayée par de l'azote (4.2), compléter au volume et homogénéiser.

Préparer cette solution au moment de l'emploi.

4.5.3 Sulfure de sodium, solution étalon correspondant à 3,5 mg de H_2S par litre.

Prélever 10,00 ml de la solution de sulfure de sodium (4.5.2) fraîchement préparée, les introduire dans une fiole jaugée de 200 ml préalablement balayée par de l'azote (4.2), compléter au volume et homogénéiser.

Préparer cette solution au moment de l'emploi.

4.6 Acétate de mercure(II), solutions titrées.

4.6.1 Acétate de mercure(II), solution titrée, $c[\text{Hg}(\text{CH}_3\text{COO})_2] = 0,05 \text{ mol/l}$.

Peser, à 0,000 1 g près, 1,593 5 g d'acétate de mercure(II) et le dissoudre dans de l'eau, dans un bécher de 100 ml. Transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 100 ml, compléter au volume et homogénéiser.

4.6.2 Acétate de mercure(II), solution titrée, $c[\text{Hg}(\text{CH}_3\text{COO})_2] = 0,001 \text{ mol/l}$.

Prélever 10,00 ml de la solution d'acétate de mercure(II) (4.6.1), les introduire dans une fiole jaugée de 500 ml, compléter au volume et homogénéiser.

4.6.3 Acétate de mercure(II), solution titrée, $c[\text{Hg}(\text{CH}_3\text{COO})_2] = 0,000 1 \text{ mol/l}$.

Prélever 25,00 ml de la solution d'acétate de mercure(II) (4.6.2), les introduire dans une fiole jaugée de 250 ml, compléter au volume et homogénéiser.

Préparer cette solution au moment de l'emploi.

NOTE — Les titres des solutions (4.6.1, 4.6.2 et 4.6.3) ainsi préparées sont suffisamment exacts, compte tenu des faibles quantités d'ions sulfure à doser. Un étalonnage n'est donc pas nécessaire.

4.7 Diphénylthiocarbazon (Dithizone), solution à 0,5 g/l dans de l'acétone (4.1).

Renouveler cette solution après 15 jours.

5 Appareillage

Voir ISO 6228, chapitre 5, mais prévoir plusieurs microburettes (5.2).

6 Échantillonnage

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

7 Mode opératoire

7.1 Prise d'essai

Peser, à 0,01 g près, une masse de l'échantillon pour laboratoire (voir chapitre 6), contenant de 1,5 à 100 μg de H_2S mais ne dépassant pas 30 g, et l'introduire dans une fiole à réduction de l'appareil (5.1).

7.2 Essai de contrôle

Introduire, dans le tube récepteur de l'appareil (5.1), 5 ml de la solution d'hydroxyde de sodium (4.4), 5 ml de l'acétone (4.1) et 0,1 ml de la solution de dithizone (4.7). Homogénéiser et ajouter, goutte à goutte, la solution titrée appropriée d'acétate de mercure(II) (voir le tableau en 7.3) jusqu'à l'apparition d'une coloration rose.

Introduire, dans une deuxième fiole à réduction de l'appareil (5.1), 50 ml d'eau et 20 ml de la solution d'acide phosphorique (4.3). Relier les différentes parties de l'appareil comme indiqué à la figure donnée dans l'ISO 6228, en ayant soin d'enduire légèrement les joints rodés avec une graisse de silicone et de les serrer avec des pinces à ressort appropriées, afin d'assurer la parfaite étanchéité de l'appareil.

Faire passer, à travers le tube adducteur, un léger courant de l'azote exempt d'oxygène (4.2) à une vitesse de 10 l/h environ et durant 12 min.

Débrancher le tube de liaison du joint rodé, abaisser le tube récepteur et laisser s'égoutter la solution du tube de liaison dans le tube récepteur. Soulever le tube récepteur et laisser

entrer la solution dans le tube de liaison, ensuite abaisser à nouveau le tube récepteur de manière que le tube de liaison se vide une autre fois. Répéter toutes ces opérations plusieurs fois pour laver l'intérieur de l'extrémité du tube de liaison. Enfin, laver le tube de liaison avec un peu de l'acétone (4.1) et amener le volume de la solution absorbante entre 10 et 11 ml avec de l'acétone.

Ajouter, goutte à goutte, de la solution titrée d'acétate de mercure(II) (4.6) de même concentration que celle déjà utilisée, à l'aide de l'une des microburettes (5.2), jusqu'à réapparition de la coloration rose. N'ajouter aucun excès.

Introduire, dans la fiole à réduction, à l'aide de l'une des microburettes (5.2), 2,00 ml de la solution de sulfure de sodium de concentration appropriée (voir le tableau en 7.3), en maintenant la pointe de la burette sous la surface du liquide. Relier immédiatement les différentes parties de l'appareil (5.1) et procéder comme indiqué à partir du 3^e alinéa de ce même paragraphe «Faire passer, à travers le tube adducteur,...», en terminant par le titrage de la solution absorbante [avec la solution titrée d'acétate de mercure(II), en utilisant l'une des microburettes (5.2), jusqu'à réapparition de la coloration rose].

Le pourcentage de sulfure d'hydrogène entraîné est donné par la formule

$$\frac{V_2 \times m_0 \times 100}{2,00 \times m_1}$$

où

V_2 est le volume, en millilitres, de la solution titrée d'acétate de mercure(II), utilisé pour le dernier titrage;

m_0 est la masse, en microgrammes, de H_2S correspondant à 1 ml de la solution d'acétate de mercure(II) utilisée;

m_1 est la masse, en microgrammes, de H_2S correspondant à 1 ml de la solution de sulfure de sodium utilisée.

L'essai de contrôle est déclaré satisfaisant si le pourcentage de sulfure d'hydrogène est égal ou supérieur à 90.

Si la valeur est inférieure à 90 %, contrôler les paramètres suivants :

- l'étanchéité de l'appareil;
- le temps d'entraînement du sulfure d'hydrogène;
- la vitesse du flux de l'azote.

7.3 Dosage

Introduire, dans le tube récepteur, 5 ml de la solution d'hydroxyde de sodium (4.4), 5 ml de l'acétone (4.1) et 0,1 ml de la solution de dithizone (4.7). Homogénéiser et ajouter, goutte à goutte, la solution titrée appropriée d'acétate de mercure(II) (voir le tableau) jusqu'à l'apparition d'une coloration rose.

Masse présumée de sulfure d'hydrogène dans la prise d'essai	Solution titrée d'acétate de mercure(II) à utiliser	Solution étalon de référence de sulfure de sodium à utiliser pour le contrôle (7.2) de l'appareil
µg		
1,5 à 15	4.6.3	4.5.3
15 à 100	4.6.2	4.5.2

Ajouter, à la prise d'essai contenue dans la fiole à réduction, 50 ml d'eau et relier les différentes parties de l'appareil comme indiqué à la figure donnée dans l'ISO 6228, en ayant soin d'enduire légèrement les joints rodés avec une graisse de silicone et de les serrer avec des pinces à ressort appropriées, afin d'assurer la parfaite étanchéité de l'appareil.

Poursuivre comme indiqué en 7.2, à partir du 3^e alinéa «Faire passer, à travers le tube adducteur,...» jusqu'à «... et amener le volume de la solution absorbante entre 10 et 11 ml avec de l'acétone.».

Titre la solution absorbante avec la solution titrée d'acétate de mercure(II) (4.6) de même concentration que celle déjà utilisée, en utilisant l'une des microburettes (5.2), jusqu'à réapparition de la coloration rose.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

8 Expression des résultats

La teneur en sulfure d'hydrogène, exprimée en milligrammes de H_2S par kilogramme, est donnée par la formule

$$\frac{V_3 \times m_0}{m_2}$$

où

V_3 est le volume, en millilitres, de la solution titrée d'acétate de mercure(II), utilisé pour le dosage (7.3);

m_0 a la même signification qu'en 7.2;

m_2 est la masse, en grammes, de la prise d'essai (7.1).

9 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 l'acide phosphorique à usage industriel

- ISO 848 — Dosage du calcium — Méthode titrimétrique.
- ISO 849 — Dosage du fer — Méthode photométrique au bipyridyle-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 complexone 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.*

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

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 7099:1983

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bb66b10b-cfd3-4f01-b306-c04ace951795/iso-7099-1983>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 7099:1983

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bb66b10b-cfd3-4f01-b306-c04ace951795/iso-7099-1983>