
Norme internationale



7100

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

Acide phosphorique à usage industriel (y compris les industries alimentaires) — Dosage du vanadium — Méthode spectrométrique au phosphotungsto-vanadate

Phosphoric acid for industrial use (including foodstuffs) — Determination of vanadium content — Phosphotungsten vanadate spectrometric method

Première édition — 1983-06-15

(standards.iteh.ai)

[ISO 7100:1983](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/125a87b4-3aae-428b-9675-a12c1f3b5c15/iso-7100-1983)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/125a87b4-3aae-428b-9675-a12c1f3b5c15/iso-7100-1983>

CDU 661.634 : 543.42 : 546.881

Réf. n° : ISO 7100-1983 (F)

Descripteurs : acide phosphorique, analyse chimique, dosage, vanadium, 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 7100 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 47, *Chimie*, et a été soumise aux comités membres en décembre 1981.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

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

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

Acide phosphorique à usage industriel (y compris les industries alimentaires) – Dosage du vanadium – Méthode spectrométrique au phosphotungsto-vanadate

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode spectrométrique au phosphotungsto-vanadate pour le dosage du vanadium dans l'acide phosphorique à usage industriel (y compris les industries alimentaires).

La méthode est applicable aux produits dont la teneur en vanadium est supérieure ou égale à 3 mg/kg.

2 Référence

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

3 Principe

Formation d'un complexe jaune par réaction du vanadium présent dans une prise d'essai avec l'acide phosphorique et le tungstate de sodium en milieu acide. Mesurage spectrométrique de l'absorbance à une longueur d'onde aux environs de 425 nm.

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 Acide sulfurique, solution à 245 g/l.

4.2 Acide phosphorique, solution à 490 g/l, correspondant à 355 g de P_2O_5 par litre.

Peser, à 0,1 g près, 177,5 g de pentaoxyde de diphosphore et les étaler en couche mince dans une capsule appropriée. Placer la capsule dans un récipient fermé contenant de l'eau (par exemple un dessiccateur contenant l'eau à la place de l'agent déshydratant) afin d'hydrater le produit. Dissoudre ensuite le pentaoxyde de diphosphore hydraté dans 500 ml d'eau.

4.3 Permanganate de potassium, solution à 3,15 g/l.

4.4 Tungstate de sodium (Na_2WO_4), solution à 73,5 g/l.

Dissoudre 82,5 g de tungstate de sodium dihydraté ($Na_2WO_4 \cdot 2H_2O$) dans 1 litre d'eau.

4.5 Vanadium, solution étalon correspondant à 1,000 g de V par litre.

Peser à 0,000 1 g près, 2,393 5 g de métavanadate de sodium ($NaVO_3$) et les dissoudre dans de l'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 V.

4.6 Vanadium, solution étalon correspondant à 10 mg de V par litre.

Introduire 10,0 ml de la solution étalon de vanadium (4.5) dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 10 μ g de V.

4.7 Nitrure de sodium (NaN_3), solution à 10 g/l.

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Spectromètre à sélecteur de radiations à variation continue, ou

5.2 Spectromètre à sélecteur de radiations à variation discontinue, muni de filtres assurant un maximum de transmission à une longueur d'onde aux environs de 425 nm.

6 Mode opératoire

6.1 Prise d'essai

Peser par différence, à 0,001 g près, une masse de l'échantillon pour essai (voir ISO 4285) ne contenant pas plus de 18 g de P_2O_5 et pas plus de 1 000 μ g de vanadium.

6.2 Essai à blanc

Effectuer, parallèlement au dosage et en suivant le mode opératoire, un essai à blanc en employant les mêmes quantités de tous les réactifs que celles utilisées pour le dosage, en diluant au même volume et en prélevant une partie aliquote ayant le même volume que celle prélevée pour le dosage.

6.3 Établissement de la courbe d'étalonnage

6.3.1 Préparation des solutions témoins, se rapportant à des mesurages spectrométriques effectués en cuves de 4 ou 5 cm d'épaisseur

Dans une série de six béchers de 100 ml, introduire les volumes de la solution étalon de vanadium (4.6) indiqués dans le tableau suivant.

Solution étalon de vanadium (4.6)	Masse correspondante de V
ml	µg
0*	0
2,0	20
4,0	40
6,0	60
8,0	80
10,0	100

* Essai à blanc des réactifs pour l'étalonnage.

Ajouter, dans chaque bécher, 5 ml de la solution d'acide phosphorique (4.2) et 5 ml de la solution d'acide sulfurique (4.1). Diluer jusqu'à 30 ml environ et chauffer les solutions jusqu'à l'ébullition. Maintenir l'ébullition et ajouter de la solution de permanganate de potassium (4.3) goutte à goutte jusqu'à l'obtention d'une coloration violette persistant durant 1 min. Détruire l'excès de permanganate de potassium en ajoutant goutte à goutte de la solution de nitrure de sodium (4.7) et en attendant 10 à 15 s entre chaque ajout, jusqu'à disparition de toute coloration rose. Ajouter encore 5 ml de la solution de tungstate de sodium (4.4) et chauffer à nouveau à l'ébullition durant 1 min. Refroidir à la température ambiante.

Transvaser quantitativement les solutions dans des fioles jaugées de 50 ml, compléter au volume et homogénéiser. Laisser reposer durant 1 h.

6.3.2 Mesurages spectrométriques

Effectuer les mesurages spectrométriques à une longueur d'onde aux environs de 425 nm, après avoir ajusté l'appareil (5.1 ou 5.2) au zéro d'absorbance par rapport à l'eau.

NOTE — La longueur d'onde de 425 nm n'étant pas celle du maximum d'absorption, il convient de régler la longueur d'onde toujours exactement sur la même valeur, aussi bien pour le dosage que pour l'étalonnage.

6.3.3 Tracé de la courbe d'étalonnage

Déduire l'absorbance de l'essai à blanc des réactifs pour l'étalonnage de celle de chacune des solutions témoins et tracer un graphique en portant, par exemple, sur l'axe des abscisses, les masses, en microgrammes, de vanadium contenues dans 50 ml de solution témoin et, sur l'axe des ordonnées, les valeurs correspondantes des absorbances.

6.4 Dosage

6.4.1 Préparation de la solution d'essai et développement de la coloration

Introduire la prise d'essai (6.1) dans une fiole jaugée de 100 ml, compléter au volume et homogénéiser. Prélever une partie ali-

quote de 10 ml (qui ne devrait pas contenir plus de 1,8 g de P_2O_5 et plus de 100 µg de vanadium) et l'introduire dans un bécher de 100 ml. Si nécessaire, ajouter la quantité de P_2O_5 contenue dans cette partie aliquote à celle contenue dans les solutions témoins (6.3.1), c'est-à-dire 1,8 g, par addition d'une quantité calculée de la solution d'acide phosphorique (4.2). Ajouter 5 ml de la solution d'acide sulfurique (4.1), diluer jusqu'à 30 ml environ et chauffer la solution jusqu'à l'ébullition.

Opérer ensuite suivant les modalités spécifiées en 6.3.1, à partir de « Maintenir l'ébullition et ajouter de la solution de permanganate de potassium (4.3) ... ».

6.4.2 Mesurages spectrométriques

Mesurer l'absorbance de la solution d'essai (6.4.1) et celle de la solution d'essai à blanc (6.2), après avoir ajusté l'appareil (5.1 ou 5.2) au zéro d'absorbance par rapport à l'eau, en suivant les modalités spécifiées en 6.3.2.

7 Expression des résultats

Au moyen de la courbe d'étalonnage (6.3.3), déterminer les masses, en microgrammes, de vanadium correspondant aux valeurs des absorbances mesurées sur la solution d'essai et sur celle de l'essai à blanc.

La teneur en vanadium, exprimée en milligrammes de V par kilogramme, est donnée par la formule

$$\frac{m_1 - m_2}{m_0} \times 10$$

où

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

m_1 est la masse, en microgrammes, de vanadium correspondant à la valeur de l'absorbance de la solution d'essai (6.4.1);

m_2 est la masse, en microgrammes, de vanadium correspondant à la valeur de l'absorbance de la solution d'essai à blanc (6.2);

10 est le rapport du volume, en millilitres, de la solution d'essai au volume, en millilitres, de la partie aliquote prélevée pour le dosage (voir 6.4.1).

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 la Norme internationale à laquelle il est fait référence, ou de toutes opérations facultatives.