Norme internationale 622

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

Combustibles minéraux solides — Dosage du phosphore — Méthode photométrique au molybdophosphate réduit

Solid mineral fuels — Determination of phosphorus content — Reduced molybdophosphate photometric method

Première édition — 1981-08-01

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 622:1981
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7fccffeb-e14e-44a1-b336-3925c08a96c8/iso-622-1981

CDU 662.62 : 543.847 **Réf. nº : ISO 622-1981 (F)**

Descripteurs : combustible solide, charbon, coke, lignite, analyse chimique, dosage, phosphore, méthode spectroscopique.

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.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

La Norme internationale ISO 622 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 27, *Combustibles minéraux solides*, et a été soumise aux comités membres en mai 1980.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

ISO 622:1981
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7fccffeb-e14e-44a1-b336-3925c08a96a8/iso-622-1981

Afrique du Sud, Rép. d'	Egypte, Rép. arabe d'	Pologne
Allemagne, R. F.	Espagne	Roumanie
Australie	France	Royaume-Uni
Autriche	Hongrie	Turquie
Belgique	Inde	URSS
Brésil	Irlande	USA
Canada	Japon	Yougoslavie
Corée, Rép. de	Pays-Bas	

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

Cette Norme internationale annule et remplace la Recommandation ISO/R 622-1967, dont elle constitue une révision technique.

© Organisation internationale de normalisation, 1981 ●

Imprimé en Suisse

Combustibles minéraux solides — Dosage du phosphore — Méthode photométrique au molybdophosphate réduit

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode photométrique au molybdophosphate réduit, pour le dosage du phosphore total dans la houille, le charbon brun, les lignites et le coke. Deux méthodes de mise en solution du phosphore sont spécifiées, à savoir : extraction à partir des cendres du charbon et du coke à l'aide d'acide, ou par oxydation répétée du charbon et du coke par l'acide afin d'éliminer les matières charbonneuses.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

2 Références

ISO 383, *Verrerie de laboratoire — Assemblages coniques rodés interchangeables.*

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

ISO 1171, *Combustibles minéraux solides — Détermination des cendres.*

ISO 1988, *Charbons et lignites durs — Échantillonnage.*

ISO 2309, *Coke — Échantillonnage.*

ISO 622:1981
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7fccffeb-e14a-44a1-b336-3925c08a96c8/iso-622-1981

3 Principe

3.1 Extraction

Méthode 1 : Élimination des matières charbonneuses par incinération dans des conditions spécifiées, et extraction du phosphore par traitement aux acides fluorhydrique et sulfurique.

Méthode 2 : Élimination des matières charbonneuses par oxydation répétée à l'aide d'acide nitrique, en présence d'acide sulfurique.

3.2 Détermination

Addition de molybdate d'ammonium et de solution d'acide ascorbique à la solution acide. Mesurage de l'absorbance de la solution bleue qui en résulte à l'aide d'un instrument optique approprié.

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 fluorhydrique, solution à environ 400 g/l.

AVERTISSEMENT — L'acide fluorhydrique en solution est un liquide extrêmement corrosif qui attaque le verre; sa vapeur est irritante et toxique. Son action sur la peau et les yeux est fortement corrosive, provoquant des brûlures graves et douloureuses qui ne sont pas immédiatement apparentes et qui ne guérissent que lentement au traitement.

La solution devra être manipulée uniquement sous une hotte bien ventilée.

Dans le cas d'un contact ou d'un contact supposé, asperger abondamment avec de l'eau et alerter immédiatement le service médical. Les publications des producteurs seront consultées pour informations supplémentaires.

4.2 Acide sulfurique, solution à environ 490 g/l.

4.3 Acide sulfurique, ϱ 1,84 g/ml, solution à environ 98 % (m/m).

4.4 Acide nitrique, ϱ 1,42 g/ml, solution à environ 70 % (m/m).

4.5 Molybdate d'ammonium, solution à 60 g/l.

4.6 Acide ascorbique, solution à 50 g/l.

Préparer fraîchement la solution chaque jour.

4.7 Tartrate de potassium et d'antimoine ($KSbO.C_4H_4O_6$), solution à 1,36 g/l.

4.8 Solution réactive.

Mélanger 25 ml de la solution d'acide sulfurique (4.2), 10 ml de la solution de molybdate d'ammonium (4.5), 10 ml de la solution d'acide ascorbique (4.6) et 5 ml de la solution de tartrate de potassium et d'antimoine (4.7). Préparer fraîchement immédiatement avant usage.

4.9 Phosphore, solution étalon correspondant à 0,100 g de P par litre.

Peser, à 0,000 1 g près, 0,439 2 g de dihydrogénophosphate monopotassique (KH_2PO_4) (séché à 110 °C durant 1 h) et le dissoudre dans de l'eau. Transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume et homogéniser.

1 ml de cette solution étalon contient 0,100 mg de P.

4.10 Phosphore, solution étalon correspondant à 1 mg de P par litre.

Prélever 10 ml de la solution étalon de phosphore (4.9), les introduire dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser. Préparer fraîchement immédiatement avant usage.

1 ml de cette solution étalon contient 1 µg de P.

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

5.1 Four à moufle, comme spécifié dans l'ISO 1171.

5.2 Capsule, en silice, porcelaine ou platine, comme spécifié dans l'ISO 1171.

ISO 622:1981
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7fccffeb-e14e-44a1-b336-5925c08a96c0/iso-622-1981

5.3 Plaque isolante, en silice, de 6 mm d'épaisseur, ou dispositif équivalent de dimensions telles qu'il puisse facilement être glissé dans le four à moufle (5.1).

5.4 Creuset, en platine, de 25 à 30 ml de capacité et muni d'un couvercle (voir 7.1).

5.5 Bain d'air chaud (voir 7.1).

5.6 Appareil d'attaque (voir 7.2 et la figure), en verre borosilicaté, constitué comme suit :

5.6.1 Ballon de Kjeldahl, de 300 ml de capacité, à col rodé 24/29 conforme à l'ISO 383.

5.6.2 Conduite de vapeur, d'environ 28 mm de diamètre, munie d'une ampoule à introduire d'au moins 15 ml de capacité et d'un raccord conique rodé 24/29 conforme à l'ISO 383. La conduite de vapeur peut être d'une seule pièce ou assemblée par unités séparées au moyen de joints en verre rodés.

5.6.3 Extracteur de vapeur, comprenant un tube en verre d'environ 40 mm de diamètre, scellé à l'une de ses extrémités et étiré à l'autre pour être relié à la pompe à eau. Le tube est muni d'un robinet de purge et comporte une série de trous pour les conduites de vapeur.

5.7 Spectrophotomètre, ou **absorptiomètre photoélectrique** ayant la sensibilité requise.

6 Préparation de l'échantillon

L'échantillon de charbon ou de coke doit être l'échantillon pour analyse, broyé de façon à passer à travers un tamis de 212 µm d'ouverture de maille conforme à l'ISO 565, prélevé et préparé soit selon l'ISO 1988 soit selon l'ISO 2309, suivant le cas. L'échantillon doit être soigneusement mélangé, de préférence par des moyens mécaniques, immédiatement avant la détermination.

7 Mode opératoire

7.1 Méthode d'oxydation par voie sèche

7.1.1 Déterminer le pourcentage de cendres du charbon ou du coke comme spécifié dans l'ISO 1171. Broyer les cendres dans un mortier en agate de façon qu'elles passent à travers un tamis de 63 µm d'ouverture de maille conforme à l'ISO 565.

7.1.2 Peser, avec une précision de 0,1 mg, environ 0,05 g de cendres dans le creuset en platine (5.4).

7.1.3 Ajouter 2 ml de la solution d'acide sulfurique (4.2) et environ 2 ml de la solution d'acide fluorhydrique (4.1). Placer le couvercle sur le creuset et laisser réagir sur un bain d'eau durant 30 min sous une hotte bien ventilée. Enlever et rincer le couvercle en recueillant l'eau de rinçage dans le creuset. Laisser la solution s'évaporer sur le bain d'eau jusqu'à disparition de la majeure partie de l'acide fluorhydrique et de l'eau recueillie.

7.1.4 Transférer le creuset dans le bain d'air chaud (5.5), évaporer jusqu'à ce que les fumées blanches provenant de l'acide sulfurique se soient dégagées durant quelques minutes. Laisser refroidir et ajouter 0,5 ml de la solution d'acide sulfurique (4.2), chauffer durant quelques minutes et laisser refroidir.

NOTE — Il est essentiel qu'à aucun moment, le contenu du creuset ne soit évaporé complètement jusqu'à siccité.

7.1.5 Ajouter environ 20 ml d'eau dans le creuset et laisser réagir sur le bain d'eau durant 30 min, ce qui devrait permettre que tout l'extrait passe en solution. Laisser refroidir, transvaser la solution dans une fiole jaugée de 100 ml et compléter au volume avec de l'eau (solution A).

NOTE — Si l'échantillon a une haute teneur en arsenic, cela peut interférer sur le résultat et la solution devrait être réduite avant le dosage du phosphore.

7.1.6 Préparer une solution à blanc exactement comme décrit précédemment, mais en omettant les cendres de charbon ou de coke.

7.2 Méthode d'oxydation par voie humide

7.2.1 Peser, avec une précision de 1 mg, environ 1 g de l'échantillon de charbon ou de coke.

7.2.2 Transvaser la prise d'essai (7.2.1) dans le ballon de Kjeldahl propre et sec (5.6.1). Assembler l'appareillage (5.6)

comme représenté à la figure, sous une hotte bien ventilée. Ajouter 7 ml d'acide sulfurique (4.3) et 3,5 ml d'acide nitrique (4.4) par l'intermédiaire de l'ampoule à introduire, en faisant tourner le ballon de manière à faire tomber toute trace de l'échantillon restant dans le col.

7.2.3 Une fois la réaction initiale apaisée, chauffer le ballon avec soin pour que la réaction se poursuive doucement et sans moussage. Poursuivre le chauffage du ballon dans les mêmes conditions jusqu'à ce qu'il ne se dégage plus que les fumées d'acide sulfurique. Ajouter 0,2 à 0,4 ml d'acide nitrique (4.4) dans l'ampoule à introduire et laisser l'acide s'écouler goutte à goutte dans le ballon.

NOTE — Si un moussage trop important apparaît au cours de l'addition de l'acide, entourer le col du ballon d'un chiffon humide et chauffer par intermittence tant que le moussage subsiste.

7.2.4 Chauffer durant 2 à 3 min jusqu'à ce que les fumées brunes denses se soient dégagées. Répéter l'addition d'acide nitrique et le chauffage, en faisant tourner le flacon périodiquement afin de faire tomber toute particule charbonneuse adhérant à ses parois, jusqu'à ce que toutes les traces visibles de matière charbonneuse aient été oxydées et que la solution ait pris une couleur jaune-verdâtre pâle. Cela peut durer 1 h 1/2 à 2 h, ou même plus longtemps dans des cas exceptionnels avec certains échantillons de coke.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

NOTE — Au cours des premières 15 min du chauffage de l'échantillon de charbon, le mélange de la réaction est une masse goudronneuse qui, plus tard, change de couleur et passe du noir au rouge-brun sombre, à l'ambre et au jaune verdâtre pâle. Le temps nécessaire pour atteindre cet état ne doit pas dépasser 2 h. Les matières charbonneuses restant à ce stade devraient être éliminées.

ISO 622:1981
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7fccfieb-e14e-44a1-b336-3925c08a96c8/iso-622-1981

Si, après 45 min de chauffage, il reste encore un liquide noir, c'est que :

a) soit la température était trop basse et l'acide nitrique n'a pas réagi sur l'échantillon; élever la température pour distiller l'excès d'acide nitrique et poursuivre l'oxydation normale comme décrit précédemment,

b) soit la température était trop haute et l'acide nitrique a distillé sans réagir; refroidir, ajouter de l'acide nitrique et chauffer le mélange comme décrit précédemment.

7.2.5 Chauffer plus fortement jusqu'à début de dégagement de fumées blanches et laisser fumer durant 5 min. Refroidir le ballon à peu près jusqu'à la température ambiante, enlever l'ampoule à introduire et le montage des conduites de vapeur, et ajouter quelques billes en verre au contenu du ballon.

NOTE — Si la couleur revient à l'ambre ou au rouge profond, ajouter encore 0,2 à 0,4 ml d'acide nitrique. Chauffer jusqu'à dégagement de fumées et laisser fumer durant 5 min.

7.2.6 Ajouter avec précaution 10 ml d'eau, chauffer jusqu'à début de dégagement de fumées blanches et laisser fumer doucement durant 10 min. Refroidir le ballon jusqu'à cessation du dégagement des fumées blanches, ajouter 0,2 ml d'acide nitrique, réchauffer et laisser fumer durant encore 10 min.

7.2.7 Afin d'assurer l'oxydation complète, refroidir le ballon à peu près jusqu'à la température ambiante et répéter le mode opératoire décrit en 7.2.5.

7.2.8 Refroidir à nouveau le ballon à peu près jusqu'à la température ambiante, ajouter 10 ml d'eau, chauffer jusqu'à dégagement de fumées et laisser fumer durant 20 min. Ajouter encore 10 ml d'eau, chauffer jusqu'à dégagement de fumées, laisser fumer durant 10 min et refroidir.

7.2.9 Ajouter encore 20 ml d'eau dans le ballon et laisser réagir sur le bain d'eau durant 30 min, ce qui devrait permettre que tout l'extrait passe en solution. Filtrer la solution sur un papier filtre dur lavé à l'acide, laisser refroidir, transvaser le filtrat dans une fiole jaugée de 100 ml et compléter au volume avec de l'eau (solution B) (voir la note en 7.1.5).

7.2.10 Préparer une solution à blanc exactement comme décrit précédemment, mais en omettant l'échantillon de charbon ou de coke.

7.3 Détermination

7.3.1 Prélever, à l'aide de pipettes, 10 ml de la solution A ou B, suivant le cas (voir 7.1.5 ou 7.2.9) (la partie aliquote prélevée peut varier en fonction de la teneur en phosphore de l'échantillon), 10 ml de la solution à blanc (voir 7.1.6 ou 7.2.10, suivant le cas) et 10 ml de la solution étalon (4.10) que l'on verse séparément dans des fioles jaugées de 50 ml. Une quatrième fiole jaugée de 50 ml est nécessaire pour l'essai à blanc des réactifs.

NOTE — L'étalonnage est linéaire pour des parties aliquotes contenant jusqu'à 30 µg de phosphore. Avec les charbons ou les cokes à haute teneur en phosphore, il peut être nécessaire de prélever une partie aliquote plus petite.

7.3.2 Introduire, à l'aide d'une pipette, 5 ml de la solution réactive (4.8) dans chaque fiole tout en agitant le contenu, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser soigneusement. Laisser reposer durant 20 min.

7.3.3 Mesurer l'absorbance des solutions par rapport à l'eau dans le spectrophotomètre (5.7), en utilisant des cuves de 40 mm, à une longueur d'onde de 710 nm, ou dans l'absorptiomètre photoélectrique muni d'un filtre approprié.

8 Expression des résultats

8.1 Mode de calcul et formules

Calculer le pourcentage de phosphore (P) dans l'échantillon pour analyse à l'aide des formules suivantes :

a) Méthode d'oxydation par voie sèche (voir 7.1)

$$\frac{A\,(D_1 - D_2)}{1\,000\,Vm\,(D_3 - D_4)}$$

où

A est le pourcentage de cendres de l'échantillon pour analyse;

m est la masse, en grammes, de cendres prélevée;

V est le volume, en millilitres, de solution d'essai prélevé pour le développement de la coloration;

D_1 est l'absorbance de la solution d'essai;

D_2 est l'absorbance de la solution à blanc;

D_3 est l'absorbance de la solution étalon de phosphore (4.10);

D_4 est l'absorbance de la solution d'essai à blanc des réactifs.

b) Méthode d'oxydation par voie humide (voir 7.2)

$$\frac{D_1 - D_2}{10\ Vm\ (D_3 - D_4)}$$

où

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai;

V, D_1, D_2, D_3 et D_4 ont les mêmes significations qu'en a).

Exprimer le résultat, de préférence la moyenne de deux déterminations, à 0,001 % près.

9 Fidélité de la méthode

9.1 Répétabilité

Les résultats de déterminations en double, effectuées à des moments différents dans le même laboratoire par le même opérateur, avec le même appareillage sur deux parties représentatives prélevées sur le même échantillon (voir chapitre 6), ne doivent pas différer de plus des valeurs données dans le tableau ci-après.

9.2 Reproductibilité

Les moyennes des résultats de déterminations en double, effectuées dans deux laboratoires différents sur des parties représentatives prélevées sur le même échantillon (voir chapitre 6), ne doivent pas différer de plus des valeurs données dans le tableau ci-après.

Teneur en phosphore du charbon ou du coke % (m/m)	Répétabilité	Reproductibilité
Inférieure à 0,02	0,002 (en valeur absolue)	0,005 (en valeur absolue)
Égale ou supérieure à 0,02	10 % de la moyenne des résultats	25 % de la moyenne des résultats

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 622:1981
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7fccffeb-e14e-44a1-b336-3925c08a96c8/iso-622-1981

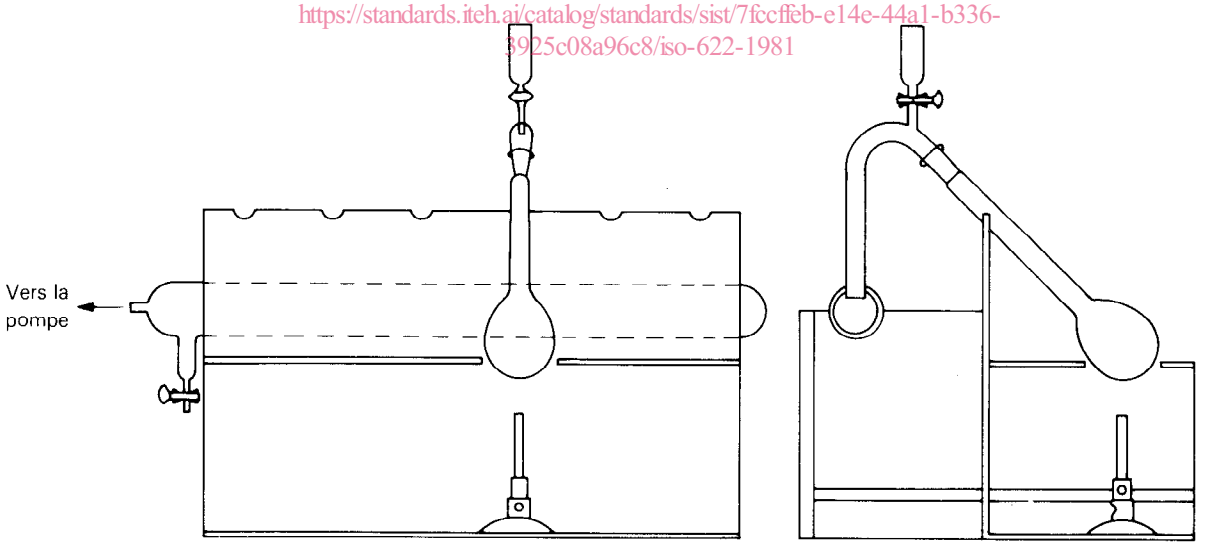

Figure — Appareillage pour l'oxydation par voie humide de l'échantillon

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 622:1981
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7fccffeb-e14e-44a1-b336-3925c08a96c8/iso-622-1981

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 622:1981
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7fccffeb-e14e-44a1-b336-3925c08a96c8/iso-622-1981