
Norme internationale



754

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

Anhydride acétique à usage industriel — Méthodes d'essai

Acetic anhydride for industrial use — Methods of test

Première édition — 1982-12-01

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 754:1982](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/356ddf2c-d5bb-4109-8005-dd19e55da794/iso-754-1982>

CDU 661.731.4 : 543.8

Réf. n° : ISO 754-1982 (F)

Descripteurs : produit industriel, anhydride acétique, essai, dosage, arsenic, anhydride arsénieux, méthode volumétrique, cendre, méthode gravimétrique, phosphate, méthode spectrophotométrique, indice de permanganate, distillation.

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 754 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 47, *Chimie*. Elle résulte de la fusion en un seul document des parties 1 à 10 du projet de Norme internationale ISO/DIS 754, qui ont été soumises aux comités membres en janvier 1981.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

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

Cette Norme internationale a également été approuvée par l'Union internationale de chimie pure et appliquée (UICPA).

Elle annule et remplace la Recommandation ISO/R 754-1968, dont elle constitue une révision technique.

* L'Australie a désapprouvé les chapitres 9 et 13 (précédemment parties 2 et 6).

** La République de Corée n'a pas voté sur le chapitre 16 (précédemment partie 9).

*** La France a désapprouvé le chapitre 9 (précédemment partie 2).

Anhydride acétique à usage industriel — Méthodes d'essai

AVERTISSEMENT — L'anhydride acétique est un produit inflammable qui provoque des brûlures et dont les vapeurs sont toxiques et irritantes. Éviter d'en respirer les vapeurs. Éviter le contact avec la peau et les yeux. En cas de contact avec les yeux, laver immédiatement et abondamment avec de l'eau et consulter un spécialiste.

(standards.iteh.ai)

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale donne des instructions générales et spécifie des méthodes d'essai pour l'analyse de l'anhydride acétique à usage industriel.

Les méthodes d'essai relatives à l'anhydride acétique à usage industriel sont les suivantes :

- Détermination de l'intervalle de distillation
- Détermination de l'indice de brome
- Détermination de la coloration
- Dosage de l'arsenic
- Dosage de l'anhydride acétique — Méthode titrimétrique
- Détermination des cendres — Méthode gravimétrique
- Dosage des phosphates — Méthode spectrométrique au molybdovanadate
- Détermination de l'indice de permanganate

- Détermination de l'indice de dichromate
- Essai visuel limite de contrôle des chlorures minéraux
- Essai visuel limite de contrôle des sulfates minéraux
- Essai visuel limite de contrôle des métaux lourds (y compris le fer)
- Essai de coloration à l'acide sulfurique

NOTE — Une méthode spectrométrique à la phénanthroline-1,10 pour le dosage du fer sera ajoutée ultérieurement.

2 Références

ISO 761, *Anhydride acétique et butanol-1 à usage industriel — Détermination de l'indice de brome.*

ISO 918, *Liquides organiques volatils à usage industriel — Détermination des caractéristiques de distillation — Méthode générale.*¹⁾

ISO 2211, *Produits chimiques liquides — Détermination de la coloration en unités Hazen (Échelle platine-cobalt).*

ISO 2590, *Méthode générale de dosage de l'arsenic — Méthode photométrique au diéthylthiocarbamate d'argent.*

1) Actuellement au stade de projet. (Révision de l'ISO/R 918.)

Instructions générales

3 Échantillonnage¹⁾

Placer l'échantillon pour laboratoire dans un flacon en verre, propre, sec et étanche, à bouchon rodé, ou dans un flacon muni d'un bouchon à vis avec un joint d'étanchéité en matière plastique inerte, et de capacité telle qu'il soit presque entièrement rempli par l'échantillon. S'il a été nécessaire de sceller le flacon, prendre soin d'éviter tout risque de contamination de son contenu.

NOTE — Un échantillon non inférieur à 750 ml est nécessaire pour effectuer la série des essais spécifiés pour ce produit.

4 Procès-verbal d'essai

Le procès-verbal d'essai, pour chaque détermination, 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.

Méthodes d'essai

5 Détermination de l'intervalle de distillation

Utiliser la méthode spécifiée dans l'ISO 918, en y apportant les précisions suivantes particulières à l'anhydride acétique.

5.1 Thermomètre, conforme aux spécifications de l'ISO 918, paragraphe 5.1.2, et du tableau 1.

Tableau 1 — Spécifications pour le thermomètre

Échelle du thermomètre	Graduation	Erreur maximale	Erreur maximale dans un intervalle de 10 °C
°C	°C	°C	°C
98 à 152	0,2	0,4	0,4

5.2 Correction à apporter aux températures

Si la pression barométrique corrigée n'est pas 1 013 mbar²⁾, appliquer une correction à la température lue en soustrayant 0,038 °C pour chaque millibar au-dessus de 1 013 mbar, ou en ajoutant 0,038 °C pour chaque millibar au-dessous de 1 013 mbar (voir ISO 918, chapitre 9).

5.3 Distillation

Régler le régime de chauffe de manière que la première goutte de distillat tombe de l'extrémité du réfrigérant après 12 à 17 min (voir ISO 918, paragraphe 7.2).

6 Détermination de l'indice de brome

Utiliser la méthode spécifiée dans l'ISO 761.

7 Détermination de la coloration

Utiliser la méthode spécifiée dans l'ISO 2211.

8 Dosage de l'arsenic

Utiliser la méthode spécifiée dans l'ISO 2590, en y apportant les précisions suivantes particulières à l'anhydride acétique.

8.1 Réactifs

Aux réactifs spécifiés dans le chapitre 4 de l'ISO 2590, ajouter les réactifs suivants :

8.1.1 Peroxyde d'hydrogène, solution à 100 g/l.

8.1.2 Acide sulfurique, ρ 1,84 g/ml, solution à 96 % (m/m) environ.

8.1.3 Acide sulfurique, solution à 200 g/l environ.

8.2 Prise d'essai et préparation de la solution d'essai (voir ISO 2590, paragraphe 6.1)

AVERTISSEMENT — Effectuer toutes les opérations pour la préparation de la solution d'essai sous une hotte bien ventilée.

Transférer une quantité de l'échantillon pour essai contenant de 1 à 20 µg d'arsenic (en général, 50 g environ) dans une fiole conique de 100 ml munie d'un bouchon rodé en verre et peser la fiole et son contenu à 0,1 g près. Transférer la plus grande partie du contenu de la fiole, par fraction de 1 à 2 ml à la fois,

1) L'échantillonnage des produits chimiques liquides à usage industriel fera l'objet d'une Norme internationale ultérieure.

2) 1 bar = 10⁵ Pa

dans un bécher en verre borosilicaté, de 250 ml de capacité contenant 50 ml d'eau à 50 °C environ, en s'assurant que chacune des fractions ajoutées soit complètement dissoute avant l'addition de la suivante. Peser la fiole à 0,1 g près et déterminer par différence la masse de la prise d'essai.

Ajouter, au contenu du bécher, 5 ml de la solution de peroxyde d'hydrogène (8.1.1) et évaporer presque jusqu'à siccité, par exemple sur bain de sable. Laisser refroidir et ajouter avec précaution 5 ml de la solution d'acide sulfurique (8.1.2). Évaporer la solution jusqu'à dégagement de fumées blanches, laisser refroidir et dissoudre le résidu dans 5 ml environ d'eau.

Transvaser quantitativement la solution dans la fiole conique (5.1.1) de l'appareil pour le dégagement et l'absorption totale de l'arsenic (ISO 2590, paragraphe 5.1), en employant pour ce transfert la solution d'acide sulfurique (8.1.3). Amener le volume à 40 ml environ avec la même solution d'acide sulfurique.

Poursuivre comme spécifié dans l'ISO 2590, paragraphe 6.1.

8.3 Expression des résultats (voir ISO 2590, chapitre 7)

La teneur en arsenic, exprimée en milligrammes d'arsenic (As) par kilogramme, est donnée par la formule

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

où

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

m_1 est la masse, en microgrammes, de As trouvée dans la solution d'essai;

m_2 est la masse, en microgrammes, de As trouvée dans la solution de l'essai à blanc.

9 Dosage de l'anhydride acétique — Méthode titrimétrique

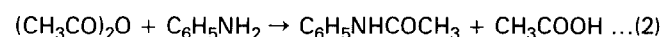
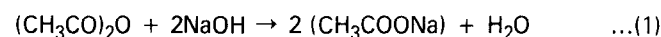
9.1 Principe

Hydrolyse d'une prise d'essai avec un excès d'une solution titrée d'hydroxyde de sodium. Titrage en retour avec une solution titrée d'acide chlorhydrique pour déterminer la quantité d'hydroxyde de sodium qui a réagi.

Réaction de l'anhydride acétique d'une seconde prise d'essai, de masse sensiblement égale à celle de la première, avec l'aniline, et formation d'acide acétique. Ajout d'un excès de la même solution d'hydroxyde de sodium et titrage en retour avec la même solution d'acide chlorhydrique afin de déterminer la quantité d'hydroxyde de sodium qui a réagi.

Calcul de la teneur en anhydride acétique à partir de la différence entre les quantités d'hydroxyde de sodium qui ont réagi respectivement dans la réaction d'hydrolyse et dans celle contenant l'acide acétique formé par réaction avec l'aniline.

9.2 Réactions



9.3 Réactifs

AVERTISSEMENT — L'attention est attirée sur les dangers dérivant de l'emploi de l'aniline et du cyclohexane.

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.

9.3.1 Aniline ($\text{C}_6\text{H}_5\text{NH}_2$), sèche, fraîchement distillée.

NOTE — Toxique par contact avec la peau. Éviter d'en respirer les vapeurs. Éviter le contact avec la peau et les yeux.

9.3.2 Cyclohexane (C_6H_{12}), sec, fraîchement distillé.

NOTE — Très inflammable. Irritant. Éviter d'en respirer les vapeurs. Éviter le contact avec la peau et les yeux.

9.3.3 Méthanol (CH_3OH).

9.3.4 Hydroxyde de sodium, solution titrée,

$c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/l}$.
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/109-8005-dd19e55da794/iso-754-1982>

9.3.5 Acide chlorhydrique, solution titrée,

$c(\text{HCl}) = 1 \text{ mol/l}$.

9.3.6 Phénolphtaléine, solution éthanolique à 5 g/l.

Dissoudre 0,5 g de phénolphtaléine dans 100 ml d'éthanol à 95 % (V/V) et amener à coloration rose pâle par addition de la solution d'hydroxyde de sodium (9.3.4).

9.4 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

9.4.1 Pipette à peser, de capacité 5 ml environ.

9.4.2 Fioles coniques, de capacité 500 ml, en verre borosilicaté, munies de bouchons rodés en verre.

9.4.3 Burette, de capacité 50 ml, conforme aux spécifications de l'ISO 385, classe A.

9.4.4 Pipette, de capacité 50 ml, conforme aux spécifications de l'ISO 648, classe A.

NOTE — Pour assurer une bonne précision, utiliser la même burette et la même pipette pour chacun des trois titrages.

9.5 Mode opératoire

9.5.1 Première prise d'essai et premier titrage

Introduire, à l'aide de la pipette (9.4.1), 50,0 ml de la solution d'hydroxyde de sodium (9.3.4) dans l'une des fioles coniques (9.4.2) et ajouter, à l'aide de la pipette à peser (9.4.1), 2 g environ de l'échantillon pour laboratoire, pesés à 0,000 1 g près. Boucher la fiole et laisser reposer durant 1 h. Ajouter 40 ml du cyclohexane (9.3.2), 10 ml de l'aniline (9.3.1) et 100 ml du méthanol (9.3.3). Ajouter 0,5 ml de la solution de phénolphtaléine (9.3.6), et, à l'aide de la burette (9.4.3), titrer l'excès de solution d'hydroxyde de sodium avec la solution d'acide chlorhydrique (9.3.5), jusqu'à disparition de la coloration rose.

9.5.2 Seconde prise d'essai et second titrage

Introduire 20 ml du cyclohexane (9.3.2) dans une autre fiole conique (9.4.2) et ajouter, à l'aide de la pipette à peser (9.4.1), 2 g environ de l'échantillon pour laboratoire, pesés à 0,000 1 g près. Boucher la fiole, la refroidir dans de la glace et ajouter une solution glacée de 10 ml de l'aniline (9.3.1) dans 20 ml du cyclohexane. Laisser reposer la fiole dans la glace durant 1 h. Ajouter alors 100 ml du méthanol (9.3.3) et, à l'aide de la pipette (9.4.4), 50,0 ml de la solution d'hydroxyde de sodium (9.3.4). Ajouter 0,5 ml de la solution de phénolphtaléine (9.3.6), et, à l'aide de la burette (9.4.3), titrer l'excès de solution d'hydroxyde de sodium avec la solution d'acide chlorhydrique (9.3.5) jusqu'à disparition de la coloration rose.

9.5.3 Essai à blanc

Effectuer, parallèlement au second titrage et en suivant le même mode opératoire qu'en 9.5.2, un essai à blanc en employant les mêmes réactifs que ceux utilisés pour le dosage, mais en omettant la prise d'essai.

Il est essentiel de tenir compte des corrections inhérentes à l'étalonnage de la burette et de corriger les volumes des solutions titrées utilisés, pour tout écart de température par rapport à celle à laquelle ces solutions ont été étalonnées.

9.6 Expression des résultats

La teneur en anhydride acétique [(CH₃CO)₂O], exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$\left[\frac{(V_0 - V_1)}{m_0} - \frac{(V_0 - V_2)}{m_1} \right] \times 0,102 1 \times 100$$

$$= 10,21 \left[\frac{(V_0 - V_1)}{m_0} - \frac{(V_0 - V_2)}{m_1} \right]$$

où

V₀ est le volume, en millilitres, de la solution d'acide chlorhydrique (9.3.5), utilisé pour l'essai à blanc (9.5.3);

V₁ est le volume, en millilitres, de la solution d'acide chlorhydrique (9.3.5), utilisé pour le premier titrage (9.5.1);

V₂ est le volume, en millilitres, de la solution d'acide chlorhydrique (9.3.5), utilisé pour le second titrage (9.5.2);

m₀ est la masse, en grammes, de la prise d'essai prélevée en 9.5.1;

m₁ est la masse, en grammes, de la prise d'essai prélevée en 9.5.2;

0,102 1 est la masse, en grammes, d'anhydride acétique correspondant à 1,00 ml de solution d'acide chlorhydrique, c(HCl) = 1,000 mol/l.

NOTE — Si les solutions titrées employées n'ont pas exactement les concentrations prévues dans la liste des réactifs, une correction appropriée doit être appliquée.

10 Détermination des cendres — Méthode gravimétrique

10.1 Principe

Évaporation jusqu'à siccité d'une prise d'essai et chauffage à 600 ± 30 °C jusqu'à l'obtention d'une masse constante.

10.2 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

10.2.1 Pipette à peser, de capacité 120 ml environ.

10.2.2 Capsule en platine ou en silice, de capacité 150 ml environ.

10.2.3 Four électrique, réglable à 200 °C environ et à 600 ± 30 °C.

10.3 Mode opératoire

10.3.1 Prise d'essai

Peser par différence, à 0,01 g près, 100 g environ de l'échantillon pour laboratoire, à l'aide de la pipette à peser (10.2.1).

10.3.2 Détermination

Placer la prise d'essai (10.3.1) dans la capsule (10.2.2) préalablement chauffée durant 30 min environ dans le four électrique (10.2.3) réglé à 600 ± 30 °C, refroidie en dessiccateur et pesée à 0,000 1 g près.

En opérant sous une hotte bien ventilée, évaporer doucement le contenu de la capsule jusqu'à siccité, sur un bain d'eau bouillante ou sur une plaque chauffante électrique, en ayant soin d'éviter toute éclaboussure.

Transférer la capsule et son contenu dans le four électrique réglé à 200 °C environ et augmenter progressivement la température jusqu'à 600 ± 30 °C. Maintenir la capsule à cette température durant 1 h (disparition des matières carbonneuses). Transférer la capsule du four dans un dessiccateur et l'y laisser refroidir jusqu'à la température ambiante. Peser la capsule à 0,000 1 g près.

Si nécessaire, conserver le résidu pour le dosage du fer selon la méthode spécifiée dans l'ISO 754/11¹⁾.

10.4 Expression des résultats

La teneur en cendres, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$(m_2 - m_1) \times \frac{100}{m_0}$$

où

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai (10.3.1);

m_1 est la masse, en grammes, de la capsule (10.2.2);

m_2 est la masse, en grammes, de la capsule et des cendres.

11 Dosage des phosphates — Méthode spectrométrique au molybdovanadate

11.1 Applicabilité

La méthode est applicable aux produits dont la teneur en phosphate, exprimés en P_2O_5 , est comprise entre 0,005 et 0,05 % (m/m).

11.2 Principe

Hydrolyse d'une prise d'essai dans ce l'eau. Ajout d'acide nitrique et évaporation de la solution jusqu'à siccité. Reprise du résidu par de l'acide nitrique et de l'acide chlorhydrique. Formation du molybdovanadate jaune et mesurage spectrométrique à une longueur d'onde aux environs de 420 nm.

11.3 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.

11.3.1 Acide nitrique, ρ 1,40 g/ml environ, solution à 68 % (m/m) environ.

11.3.2 Acide chlorhydrique, ρ 1,19 g/ml environ, solution à 38 % (m/m) environ.

11.3.3 Molybdovanadate d'ammonium, solution nitrique.

Dissoudre 20 g de molybdate d'ammonium, tétrahydraté $[(NH_4)_2MoO_4 \cdot 4H_2O]$ dans 500 ml environ d'eau, en chauffant. Après dissolution, ajouter 1 g de métavanadate d'ammonium (NH_4VO_3) et laisser dissoudre. Refroidir la solution et ajouter, par petites quantités et en agitant, 150 ml de la solution d'acide nitrique (11.3.1). Refroidir la solution. Transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

11.3.4 Phosphate, solution étalon correspondant à 1,0 g de P_2O_5 par litre.

Peser, à 0,001 g près, 1,92 g de dihydrogène-ortho-phosphate de potassium (KH_2PO_4) et le 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 contient 1,0 mg de P_2O_5 .

11.3.5 Phosphate, solution étalon correspondant à 0,10 g de P_2O_5 par litre.

Introduire 10,0 ml de la solution étalon de phosphate (11.3.4) dans une fiole jaugée de 100 ml, compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 0,10 mg de P_2O_5 .

Préparer cette solution au moment de l'emploi.

11.4 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

11.4.1 Fiole conique, de capacité 50 ml, munie d'un bouchon en verre rodé.

11.4.2 Capsule en platine, de capacité 100 ml environ.

11.4.3 Spectromètre à sélecteur de radiations à variation continue, équipé de cuves de 4 ou 5 cm et 1 cm d'épaisseurs, ou <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sis/056ddf2c-d5bb-4109-8005-f1d19e3ada794/iso-754-1982>

11.4.4 Spectromètre à sélecteur de radiations à variation discontinue, muni de filtres assurant un maximum de transmission à une longueur d'onde aux environs de 420 nm.

11.5 Mode opératoire

11.5.1 Prise d'essai

Placer 20 g environ de l'échantillon pour laboratoire dans la fiole conique (11.4.1) et peser le tout à 0,001 g près. Transférer le contenu de la fiole, par fractions de 1 à 2 ml, dans la capsule en platine (11.4.2) contenant 50 ml d'eau à 50 °C environ, jusqu'à ce que 10 ml de l'échantillon aient été ajoutés, en s'assurant que chaque fraction soit dissoute avant l'ajout de la fraction suivante. Peser à nouveau la fiole avec son contenu à 0,001 g près et déterminer par différence la masse de la prise d'essai.

11.5.2 Préparation de la solution d'essai

Ajouter, à la prise d'essai (11.5.1) contenue dans la capsule, 15 ml de la solution d'acide nitrique (11.3.1) et évaporer jusqu'à siccité sur un bain d'eau bouillante. Reprendre le résidu dans la capsule avec 10 ml de la solution d'acide nitrique et 5 ml d'eau, en chauffant légèrement. Transvaser quantitativement la solution et l'éventuel résidu dans un bécher de capacité appropriée (par exemple 100 ml). Ajouter 10 ml de la solution d'acide

1) En cours d'étude. (Révision de l'ISO/R 754, chapitre 11.)

chlorhydrique (11.3.2) et chauffer durant 15 min. Laisser refroidir à la température ambiante et ajouter 50 ml d'eau. Transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 250 ml, en la filtrant si nécessaire afin d'éliminer tout insoluble. Compléter au volume et homogénéiser.

11.5.3 Essai à blanc

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

11.5.4 Établissement de la courbe d'étalonnage

11.5.4.1 Préparation des solutions témoins, se rapportant à des mesurages spectrométriques effectués en cuves de 4 ou 5 cm et de 1 cm d'épaisseurs

Selon la teneur présumée en phosphates, introduire, dans une série de 12 fioles jaugées de 100 ml, les volumes de la solution étalon de phosphate (11.3.5) indiqués dans le tableau 2.

Tableau 2 — Conditions d'essai

Teneur présumée en phosphates, % (m/m) de P ₂ O ₅		Teneur présumée en phosphates, % (m/m) de P ₂ O ₅	
0,005 à 0,025		0,025 à 0,05	
Solution étalon de phosphate (11.3.5)	Masse correspondante de P ₂ O ₅	Solution étalon de phosphate (11.3.5)	Masse correspondante de P ₂ O ₅
ml	mg	ml	mg
0*	0	0*	0
1,0	0,10	6,0	0,60
2,0	0,20	7,0	0,70
3,0	0,30	8,0	0,80
4,0	0,40	9,0	0,90
5,0	0,50	10,0	1,00
Épaisseur des cuves, cm			
4 ou 5		1	

* Essai à blanc des réactifs pour l'étalonnage.

Traiter le contenu de chaque fiole de la façon suivante. Amener le volume à 50 ml environ avec de l'eau, ajouter 2 ml de la solution d'acide chlorhydrique (11.3.2) et 2 ml de la solution d'acide nitrique (11.3.1). Enfin, ajouter 25 ml de la solution de molybdovanadate d'ammonium (11.3.3) et homogénéiser. Compléter au volume, homogénéiser et laisser reposer durant 10 min au moins.

11.5.4.2 Mesurages spectrométriques

Effectuer les mesurages spectrométriques à l'aide du spectromètre (11.4.3) à une longueur d'onde correspondant au maximum d'absorption (aux environs de 420 nm), ou à l'aide du spectromètre (11.4.4), muni de filtres appropriés, après avoir ajusté l'appareil au zéro d'absorbance par rapport à l'eau.

11.5.4.3 Tracé des courbes

Déduire l'absorbance de la solution de l'essai à blanc des réactifs pour l'étalonnage de celles des solutions témoins. Tracer deux courbes en portant, par exemple, sur l'axe des abscisses,

le nombre de milligrammes de P₂O₅ contenu dans 100 ml de solution témoin et, sur l'axe des ordonnées, les valeurs correspondantes des absorbances.

11.5.5 Dosage

11.5.5.1 Développement de la coloration

Introduire 50,0 ml de la solution d'essai (11.5.2) dans une fiole jaugée de 100 ml, ajouter 25 ml de la solution de molybdovanadate d'ammonium (11.3.3), compléter au volume, homogénéiser et laisser reposer durant 10 min au moins.

11.5.5.2 Mesurages spectrométriques

Effectuer les mesurages spectrométriques de la solution d'essai et de la solution de l'essai à blanc (11.5.3), après développement de la coloration, suivant les modalités spécifiées en 11.5.4.2.

11.6 Expression des résultats

Au moyen de la courbe d'étalonnage appropriée (11.5.4.3), déterminer les masses de P₂O₅ correspondant aux valeurs des absorbances mesurées.

La teneur en phosphates, exprimée en pourcentage en masse de P₂O₅, est donnée par la formule

$$\frac{m_1 - m_2}{2 m_0} \times 100 \times \frac{250}{50}$$

où

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai (11.5.1);

m_1 est la masse, en milligrammes, de P₂O₅ trouvée dans la partie aliquote de la solution d'essai prélevée pour le développement de la coloration;

m_2 est la masse, en milligrammes, de P₂O₅ trouvée dans la partie aliquote correspondante de la solution de l'essai à blanc.

12 Détermination de l'indice de permanganate

12.1 Définition

Dans le cadre de la présente Norme internationale, la définition suivante est applicable.

indice de permanganate : Nombre de milligrammes de permanganate de potassium réduits par 100 ml de l'échantillon pour laboratoire dans les conditions spécifiées.

12.2 Principe

Réaction d'une prise d'essai, dans des conditions spécifiées, avec un excès d'une solution de permanganate de potassium, en présence d'une solution diluée d'acide sulfurique. Titrage iodométrique du permanganate de potassium résiduel.

12.3 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.

12.3.1 Acide sulfurique, solution à 50 g/l.

12.3.2 Permanganate de potassium, solution à 1 g/l.

12.3.3 Iodure de potassium, solution à 100 g/l.

12.3.4 Thiosulfate de sodium, solution titrée, $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,033 \text{ mol/l}$.

12.3.5 Empois d'amidon, solution fraîchement préparée.

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.

12.4 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

12.4.1 Deux fioles coniques, de capacité 250 ml, en verre borosilicaté, munies de bouchons rodés en verre.

12.4.2 Bain d'eau, réglable à $20 \pm 0,5 \text{ }^\circ\text{C}$.

12.4.3 Burettes, de capacité 10 ml, conforme aux spécifications de l'ISO 385/2, classe A.

12.5 Mode opératoire

12.5.1 Prise d'essai

Prélever 5,0 ml de l'échantillon pour laboratoire, les introduire dans l'une des fioles coniques (12.4.1) contenant 50 ml de la solution d'acide sulfurique (12.3.1) et agiter doucement jusqu'à dissolution de la prise d'essai (5 à 10 min).

12.5.2 Essai à blanc

Effectuer, parallèlement à la détermination, en utilisant la deuxième fiole conique (12.4.1) et en suivant le même mode opératoire, un essai à blanc en employant les mêmes quantités de tous les réactifs [à l'exception de la solution de thiosulfate de sodium (12.3.4)] que celles utilisées pour la détermination, mais en omettant la prise d'essai.

12.5.3 Détermination

Immerger la fiole contenant la prise d'essai (12.5.1) dans le bain d'eau (12.4.2) réglé à $20 \pm 0,5 \text{ }^\circ\text{C}$ et ajouter, à l'aide de l'une des burettes (12.4.3), de la solution de permanganate de potassium (12.3.2) jusqu'à l'obtention d'une coloration rouge permanente. Ajouter alors 10 ml de la solution de permanganate de potassium et noter le volume total de cette solution utilisé.

Laisser à l'obscurité sur le bain d'eau (12.4.2) réglé à $20 \pm 0,5 \text{ }^\circ\text{C}$ durant 40 min.

Déterminer iodométriquement l'excès de permanganate de potassium par addition de 10 ml de la solution d'iodure de potassium (12.3.3) et titrage de l'iode libéré avec la solution de thiosulfate de sodium (12.3.4), à l'aide de l'une des burettes (12.4.3). Lorsque la coloration de la solution devient jaune pâle, ajouter 0,5 ml de la solution d'empois d'amidon (12.3.5) et poursuivre le titrage jusqu'à disparition de la coloration bleue.

12.6 Expression des résultats

L'indice de permanganate est donné par la formule

$$1,07 \times (V_0 - V_1) \times \frac{100}{5} = 21,4 (V_0 - V_1)$$

où

V_0 est le volume, en millilitres, de la solution de thiosulfate de sodium (12.3.4), utilisé pour l'essai à blanc;

V_1 est le volume, en millilitres, de la solution de thiosulfate de sodium (12.3.4), utilisé pour la détermination;

1,07 est la masse, en milligrammes, de permanganate de potassium correspondant à 1 ml de solution de thiosulfate de sodium, $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,033 \text{ mol/l}$.

NOTE — Si la solution titrée utilisée n'a pas exactement la concentration prévue dans la liste des réactifs, une correction appropriée doit être appliquée.

13 Détermination de l'indice de dichromate

13.1 Définition

Dans le cadre de la présente Norme internationale, la définition suivante est applicable.

indice de dichromate : Nombre de millilitres de solution titrée de dichromate de potassium, $c(1/6 \text{ K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = 0,1 \text{ mol/l}$, réduits par 1,0 ml de l'échantillon pour laboratoire dans les conditions spécifiées.

13.2 Principe

Chauffage d'une prise d'essai avec un excès de solution de dichromate de potassium, en présence d'acide sulfurique. Titrage iodométrique du dichromate de potassium résiduel.