

ISO

47

ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

RECOMMANDATION ISO
R 847

ACIDE PHOSPHORIQUE À USAGE INDUSTRIEL

DOSAGE DES SULFATES

Méthode volumétrique

1^{ère} ÉDITION
Octobre 1968

REPRODUCTION INTERDITE

Le droit de reproduction des Recommandations ISO et des Normes ISO est la propriété des Comités Membres de l'ISO. En conséquence, dans chaque pays, la reproduction de ces documents ne peut être autorisée que par l'organisation nationale de normalisation de ce pays, membre de l'ISO.

Seules les normes nationales sont valables dans leurs pays respectifs.

Imprimé en Suisse

Ce document est également édité en anglais et en russe. Il peut être obtenu auprès des organisations nationales de normalisation.

HISTORIQUE

La Recommandation ISO/R 847, *Acide phosphorique à usage industriel – Dosage des sulfates – Méthode volumétrique*, a été élaborée par le Comité Technique ISO/TC 47, *Chimie*, dont le Secrétariat est assuré par l'Ente Nazionale Italiano di Unificazione (UNI).

Les travaux relatifs à cette question furent entrepris par le Comité Technique en 1960 et aboutirent, en 1966, à l'adoption d'un Projet de Recommandation ISO.

En décembre 1966, ce Projet de Recommandation ISO (N° 1108) fut soumis à l'enquête de tous les Comités Membres de l'ISO. Il fut approuvé, sous réserve de quelques modifications d'ordre rédactionnel, par les Comités Membres suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	Espagne	Roumanie
Allemagne	Hongrie	Suisse
Autriche	Inde	Tchécoslovaquie
Belgique	Israël	Thaïlande
Brésil	Italie	Turquie
Bulgarie	Japon	U.R.S.S.
Chili	Nouvelle-Zélande	Yougoslavie
Corée, Rép. de	Pologne	
Corée, Rép. D.P. de	R.A.U.	

Deux Comités Membres se déclarèrent opposés à l'approbation du Projet :

France
Royaume-Uni

Le Projet de Recommandation ISO fut alors soumis par correspondance au Conseil de l'ISO qui décida, en octobre 1968, de l'accepter comme RECOMMANDATION ISO.

ACIDE PHOSPHORIQUE À USAGE INDUSTRIEL

DOSAGE DES SULFATES

Méthode volumétrique

1. OBJET

La présente Recommandation ISO décrit une méthode volumétrique pour le dosage des sulfates de l'acide phosphorique à usage industriel.

2. DOMAINE D'APPLICATION

La méthode générale est applicable au dosage des sulfates de l'acide phosphorique à usage industriel pour des teneurs en H_2SO_4 supérieures à 0,30 % (m/m).

2.1 Cas particulier

Acide phosphorique à usage industriel contenant des acides polyphosphoriques (voir chapitre 8).

NOTE. — Si on n'est pas sûr de l'absence d'acides polyphosphoriques, effectuer le dosage directement d'après le cas particulier.

3. PRINCIPE

Séparation des ions SO_4^{2-} sous forme de sulfate de benzidine. Titrage alcalimétrique, en présence de phénolphtaléine, de l'acide sulfurique libéré au cours de l'hydrolyse.

4. RÉACTIFS

Au cours de l'analyse, n'utiliser que de l'eau distillée ou de l'eau d'une pureté équivalente.

4.1 *Carbonate de potassium, anhydre.*

4.2 *Acide chlorhydrique, $d = 1,19$ environ, solution à 37 % (m/m) ou 12 N environ.*

4.3 Chlorhydrate de benzidine, solution à 28 g/l.

Dissoudre à chaud 28 g de chlorhydrate de benzidine dans environ 500 ml d'eau et ajouter ensuite 20 ml de la solution d'acide chlorhydrique $d = 1,19$. Refroidir, compléter à 1000 ml et, si nécessaire, filtrer.

En raison des propriétés cancérigènes de la benzidine, l'utiliser avec précaution.

4.4 Hydroxyde de sodium, solution titrée 0,1 N (voir la Note du chapitre 7).**4.5 Phénolphtaléine, solution éthanolique à 10 g/l.**

Dissoudre 1 g de phénolphtaléine dans de l'éthanol à 95 % (v/v) et compléter au volume de 100 ml avec le même éthanol.

4.6 Solution de lavage

Mettre en suspension dans un litre d'eau 0,5 g de sulfate de benzidine, soigneusement lavé. Agiter mécaniquement pendant environ 2 heures, à température ambiante, et ensuite filtrer.

5. APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire.

6. MODE OPÉRATOIRE**6.1 Prise d'essai**

Peser par différence, à 0,01 g près, environ 20 g de l'échantillon pour essai.

6.2 Préparation de la solution d'essai

Introduire la prise d'essai (6.1) dans un bécher de capacité convenable (250 ml, par exemple), ajouter environ 1 g de carbonate de potassium (4.1) et faire bouillir pendant 20 minutes environ.

Après refroidissement et repos, filtrer et laver le précipité jusqu'à disparition de l'acidité, en recueillant filtrat et eaux de lavage quantitativement dans une fiole jaugée de 200 ml. Ajouter 10 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.2), compléter au volume et homogénéiser.

6.3 Séparation des ions SO_4^{2-}

En rapport avec la teneur présumée d'acide sulfurique à doser, prélever la partie aliquote de la solution d'essai (voir paragraphe 6.2) indiquée à titre d'exemple dans le tableau suivant.

Teneur présumée en H_2SO_4	Partie aliquote de solution (6.2) à prélever	Eau à ajouter
(m/m)	ml	ml
jusqu'à 2 %	50	10
de 2 à 4 %	25	35
supérieure à 4 %	10	50

Placer 20 ml de la solution de benzidine (4.3) dans un bécher de capacité convenable; ajouter la quantité d'eau indiquée dans le tableau et ajouter ensuite, en filet et en agitant, la partie aliquote de la solution d'essai indiquée dans le même tableau. Agiter quelques minutes et laisser reposer environ 15 minutes. Filtrer par décantation à l'aide d'une trompe à eau, sur un entonnoir Buchner, en utilisant une double épaisseur de papier filtre pour filtration rapide.

Transférer le précipité sur le Buchner à l'aide de petites portions de la solution déjà filtrée et laver ensuite le bécher et le précipité avec de petites fractions de la solution de lavage (4.6), jusqu'à élimination complète de l'acidité, en ayant soin d'employer au total 150 ml de la solution de lavage (4.6).

Pour vérifier l'élimination complète de l'acidité, ajouter à 5 ml du liquide sortant du filtre, une goutte de la solution de phénolphtaléine (4.5) et une goutte de la solution d'hydroxyde de sodium (4.4); la solution doit se colorer en rose.

6.4 Titrage

Transférer le précipité et le filtre dans le bécher déjà employé pour la séparation des ions sulfates et laver l'entonnoir avec de l'eau. Disperser le précipité dans environ 100 ml d'eau à l'aide d'un agitateur en verre.

Ajouter encore 100 ml d'eau et porter la température à environ 70 °C tout en agitant. Ajouter quelques gouttes de la solution de phénolphtaléine (4.5) et titrer à l'aide de la solution d'hydroxyde de sodium (4.4). A la première apparition de couleur rose permanente, chauffer jusqu'à l'ébullition; en cas de décoloration, continuer le titrage avec la solution d'hydroxyde de sodium (4.4) jusqu'à teinte rose. Vérifier qu'une nouvelle ébullition de 2 ou 3 minutes ne décolore plus la solution.

7. EXPRESSION DES RÉSULTATS

Le pourcentage, en masse, des sulfates, exprimés en acide sulfurique (H_2SO_4), est donné par la formule suivante :

$$\frac{V \times A \times D}{E} \times 100$$

où

- V* est le volume, en millilitres, de la solution d'hydroxyde de sodium (4.4) utilisée pour le titrage,
- A* est la masse, en grammes, d'acide sulfurique correspondant à 1 ml de solution 0,1 N d'hydroxyde de sodium,
(valeur théorique : 1 ml \cong 0,0049 g de H_2SO_4 – voir Note ci-dessous),
- D* est le rapport entre le volume de la solution d'essai (6.2) et la partie aliquote prélevée pour le dosage (6.3),
- E* est la masse, en grammes, de la prise d'essai.

NOTE. – Si la solution titrée d'hydroxyde de sodium (4.4) n'a pas exactement le titre indiqué dans la liste des réactifs, un facteur de correction approprié devra être utilisé pour le calcul des résultats.

8. CAS PARTICULIER

Acide phosphorique à usage industriel contenant des acides polyphosphoriques.

8.1 Principe

Hydrolyse préalable des acides polyphosphoriques par ébullition prolongée en présence d'acide chlorhydrique.

Séparation des ions sulfates et dosage d'après la méthode générale.

8.2 Réactifs. Voir chapitre 4.

8.3 Appareillage. Voir chapitre 5.

8.4 Mode opératoire

8.4.1 *Prise d'essai.* Voir paragraphe 6.1.

8.4.2 *Préparation de la solution d'essai.* Introduire la prise d'essai (8.4.1) dans un ballon d'environ 250 ml, ajouter 10 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.2) et faire bouillir pendant environ 20 minutes.

Après refroidissement, ajouter 100 ml d'eau et 10 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.2). Adapter un réfrigérant à reflux et faire bouillir pendant 1 heure. Refroidir et transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 200 ml. Compléter au volume et homogénéiser.

8.4.3 *Séparation des ions* SO_4^{2-} . Voir paragraphe 6.3.

8.4.4 *Titration*. Voir paragraphe 6.4.

8.5 **Expression des résultats**. Voir chapitre 7.

9. PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

Donner les indications suivantes :

- a) la référence de la méthode employée,
- b) les résultats, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés,
- c) tous détails particuliers éventuels relevés au cours de l'essai,
- d) toutes opérations non prévues dans la présente Recommandation ISO, ou toutes opérations facultatives.