
NORME INTERNATIONALE 2590

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

Méthode générale de dosage de l'arsenic — Méthode photométrique au diéthylthiocarbamate d'argent

Première édition — 1973-05-01

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 2590:1973](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/88518d8c-1575-42d2-98a2-308c69e7df3b/iso-2590-1973)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/88518d8c-1575-42d2-98a2-308c69e7df3b/iso-2590-1973>

CDU 546.19 : 543.42

Réf. N° : ISO 2590-1973 (F)

Descripteurs : analyse chimique, dosage, arsenic, photométrie.

AVANT-PROPOS

ISO (Organisation Internationale de Normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (Comités Membres ISO). L'élaboration de Normes Internationales est confiée aux Comités Techniques 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 2590 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 47, *Chimie*, et soumise aux Comités Membres en novembre 1971.

Elle a été approuvée par les Comités Membres des pays suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	Israël	Suède
Autriche	Italie	Suisse
Belgique	Nouvelle-Zélande	Thaïlande
Egypte, Rép. arabe d'	Pays-Bas	Turquie
Espagne	Pologne	U.R.S.S.
France	Portugal	U.S.A.
Hongrie	Roumanie	
Inde	Royaume-Uni	

Le Comité Membre du pays suivant a désapprouvé le document pour des raisons techniques :

Allemagne

Méthode générale de dosage de l'arsenic — Méthode photométrique au diéthylthiocarbamate d'argent

1 OBJET

La présente Norme Internationale spécifie une méthode générale de dosage photométrique de l'arsenic, au diéthylthiocarbamate d'argent.

2 DOMAINE D'APPLICATION

La méthode est applicable au dosage de quantités d'arsenic, (As), contenues dans la totalité de la solution d'essai — ou dans la partie aliquote prélevée pour le dosage — comprises entre 1 et 20 µg.

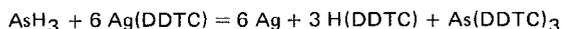
3 PRINCIPE

Réduction de l'arsenic par le zinc en milieu acide chlorhydrique, avec formation d'arsine.

Absorption de l'arsine par une solution de diéthylthiocarbamate d'argent dans la pyridine.

Mesurage photométrique de la coloration rouge-violet produite par l'argent colloïdal dispersé, au maximum de la courbe d'absorption (longueur d'onde aux environs de 540 nm).

NOTE — La réaction de formation de l'argent colloïdal est la suivante :



4 RÉACTIFS

Tous les réactifs, et le zinc en particulier, doivent être exempts d'arsenic, ou à teneur très faible en arsenic.

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

4.1 Acide chlorhydrique, ρ 1,19 g/ml environ, solution à 38 % (m/m) ou 12 N environ.

4.2 Diéthylthiocarbamate d'argent, [Ag(DDTC)], solution pyridinique à 5 g/l.

Dissoudre 1 g de diéthylthiocarbamate d'argent dans de la pyridine (ρ 0,980 g/ml environ) et compléter le volume à 200 ml avec la même pyridine.

Conserver la solution dans un flacon en verre sombre à fermeture étanche, à l'abri de la lumière.

Cette solution est stable durant environ 2 semaines.

4.3 Arsenic, solution étalon à 0,100 g/l.

Peser, à 0,000 1 g près, 0,132 0 g de trioxyde d'arsenic (As₂O₃) et les transférer dans un bécher de capacité convenable (100 ml, par exemple). Dissoudre le trioxyde d'arsenic dans environ 2 ml de solution d'hydroxyde de sodium à 50 g/l. Transférer quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Laver le bécher à plusieurs reprises, en recevant les eaux de lavage dans la fiole jaugée, compléter ensuite au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 100 µg de As.

4.4 Arsenic, solution étalon à 2,50 mg/l.

Prélever 25,0 ml de la solution étalon d'arsenic (4.3), les transférer dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser. Préparer cette solution au moment de l'emploi.

1 ml de cette solution étalon contient 2,5 µg de As.

4.5 Coton hydrophile à l'acétate de plomb.

Dissoudre 50 g d'acétate de plomb trihydraté [Pb (C₂H₃O₂)₂ · 3H₂O] dans 250 ml d'eau. Saturer le coton hydrophile avec cette solution, éliminer l'excès de la solution en laissant égoutter et sécher sous vide à température ambiante.

Conserver ce coton en récipient étanche.

4.6 Iodure de potassium, solution à 150 g/l.

Dissoudre 15 g d'iodure de potassium dans de l'eau, compléter le volume à 100 ml et homogénéiser.

4.7 Chlorure d'étain(II), solution chlorhydrique.

Dissoudre 40 g de chlorure d'étain(II) bihydraté (SnCl₂ · 2H₂O) dans un mélange de 25 ml d'eau et 75 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.1).

4.8 Zinc granulaire, dimensions de 0,5 à 1 mm, ou tout autre forme de zinc, à condition que l'expérience ait montré qu'elle donne des résultats équivalents dans les conditions d'essai prescrites (voir Annexe).

5 APPAREILLAGE

Tous les récipients en verre utilisés pour le dosage de l'arsine doivent être préalablement lavés à l'aide d'acide sulfurique concentré, chaud — en prenant les précautions d'usage — rincés abondamment à l'eau, et enfin bien séchés.

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Appareil en verre, à joints rodés, permettant le dégagement et l'absorption totale de l'arsenic.

NOTE — Pour les assemblages coniques et sphériques rodés se référer aux ISO/R 383 et ISO/R 641.

Un appareil convenable est décrit à la Figure et est constitué par :

5.1.1 Fiole conique de 100 ml pour le dégagement de l'arsine.

5.1.2 Tube de dégagement, pour recueillir le sulfure d'hydrogène.

5.1.3 Absorbent à 15 boules.

5.2 Spectrophotomètre, ou

5.3 Photocolorimètre, muni de filtres présentant un maximum de transmission entre 520 et 560 nm.

6 MODE OPÉRATOIRE

AVERTISSEMENT — En raison de la toxicité et de l'odeur désagréable de la pyridine, il est recommandé d'effectuer toutes les manipulations avec précaution et sous une hotte bien ventilée.

6.1 Prise d'essai et préparation de la solution d'essai

Peser la quantité de l'échantillon pour essai indiquée dans la Norme Internationale relative au produit considéré et la traiter d'une manière appropriée afin d'amener la solution d'essai aux conditions indiquées ci-dessous.

En général la préparation de la solution d'essai doit conduire à une solution dont le volume total — ou le volume de la partie aliquote prélevée pour le dosage — est de 40 ml, contenant de 1 à 20 µg de As et 10 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.1). L'acidité qui en résulte est d'environ 3 N avant l'ajout de la solution d'iodure de potassium. Cette solution doit être absolument exempte d'ions nitriques; par ailleurs, un certain nombre d'éléments (cobalt, mercure, argent, cuivre, molybdène, palladium, etc.) diminuent le rendement de la récupération de l'arsine, et le mode opératoire doit, si besoin est, préciser comment tenir compte de leur présence.

NOTE — Dans le cas où le milieu de la solution d'essai est nécessairement sulfurique, l'acidité des 40 ml de la solution d'essai doit être d'environ 3,8 à 4 N (contenant 10 ml d'une solution d'acide sulfurique 15 N environ).

6.2 Essai à blanc

Préparer, parallèlement au dosage, un essai à blanc, en suivant le même mode opératoire et en utilisant les mêmes quantités de tous les réactifs que celles utilisées pour le dosage.

6.3 Établissement de la courbe d'étalonnage

La courbe d'étalonnage doit être établie chaque fois qu'on met en œuvre un nouveau flacon de zinc et chaque fois qu'on prépare une nouvelle solution de diéthylthiocarbamate d'argent.

6.3.1 Préparation des solutions témoins, rapportées aux mesures photométriques effectuées avec un parcours optique de 1 cm.

Dans une série de six fioles coniques (5.1.1), introduire les volumes de la solution étalon d'arsenic (4.4) indiqués au tableau suivant :

Volume de la solution étalon d'arsenic (4.4)	Masse correspondante d'arsenic
ml	µg
0*	0
1,00	2,5
2,00	5
4,00	10
6,00	15
8,00	20

* Solution de compensation

Ajouter dans chaque fiole 10 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.1) et la quantité d'eau nécessaire pour atteindre 40 ml environ. Ajouter 2 ml de la solution d'iodure de potassium (4.6), puis 2 ml de la solution de chlorure d'étain(II) (4.7); agiter et laisser ensuite reposer pendant 15 min.

NOTE — Dans le cas de solutions d'essai sulfuriques, au lieu d'ajouter 10 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.1), ajouter 10 ml d'une solution d'acide sulfurique 15 N environ.

Introduire dans le tube (5.1.2) un peu de coton hydrophile (4.5) afin d'absorber l'éventuel sulfure d'hydrogène qui peut être dégagé avec l'arsine.

Graisser les joints rodés avec une graisse insoluble dans la pyridine, introduire dans l'absorbent à boules (5.1.3), 5,0 ml de la solution de diéthylthiocarbamate d'argent (4.2) et joindre le tube (5.1.2) à l'absorbent (5.1.3) au moyen d'une pince de sûreté.

Après les 15 min de repos prévues, introduire dans la fiole conique (5.1.1), en se servant d'un entonnoir à poudre, 5 g de zinc (4.8), et monter rapidement l'appareil, comme indiqué à la Figure.

Laisser réagir pendant 45 min environ.

Détacher l'absorbant (5.1.3), l'agiter afin de dissoudre le dépôt rouge qui s'est formé dans sa partie inférieure, et homogénéiser parfaitement la solution.

La coloration de la solution est stable — à l'abri de la lumière — pendant 2 h environ et les mesurages doivent être effectués dans cet intervalle de temps.

6.3.2 Mesures photométriques

Effectuer les mesurages à l'aide du spectrophotomètre (5.2), au maximum de la courbe d'absorption (longueur d'onde aux environs de 540 nm), ou à l'aide du photocolorimètre (5.3), muni de filtres appropriés, après avoir dans chaque cas, ajusté l'appareil au zéro d'absorbance par rapport à la solution de compensation.

6.3.3 Tracé de la courbe d'étalonnage

Tracer un graphique en portant, par exemple, sur l'axe des abscisses les valeurs, exprimées en microgrammes, des quantités d'arsenic contenues dans 5 ml de solution témoin et sur l'axe des ordonnées les valeurs correspondantes de l'absorbance.

6.4 Dosage

Aux 40 ml de la solution d'essai (6.1) placée dans la fiole conique (5.1.1), ajouter 2 ml de la solution d'iodure de potassium (4.6), et 2 ml de la solution de chlorure d'étain(II) (4.7); agiter, et laisser reposer pendant 15 min.

Compléter les opérations suivant les modalités de 6.3.1.

6.4.1 Mesure photométrique

Effectuer le mesurage photométrique de la solution d'essai, selon les modalités décrites en 6.3.2, après avoir ajusté l'appareil au zéro d'absorbance par rapport à la solution de l'essai à blanc (6.2).

7 EXPRESSION DES RÉSULTATS

Au moyen de la courbe d'étalonnage (voir 6.3.3), déterminer la quantité d'arsenic (As) correspondant à la valeur de la mesure photométrique de la solution d'essai.

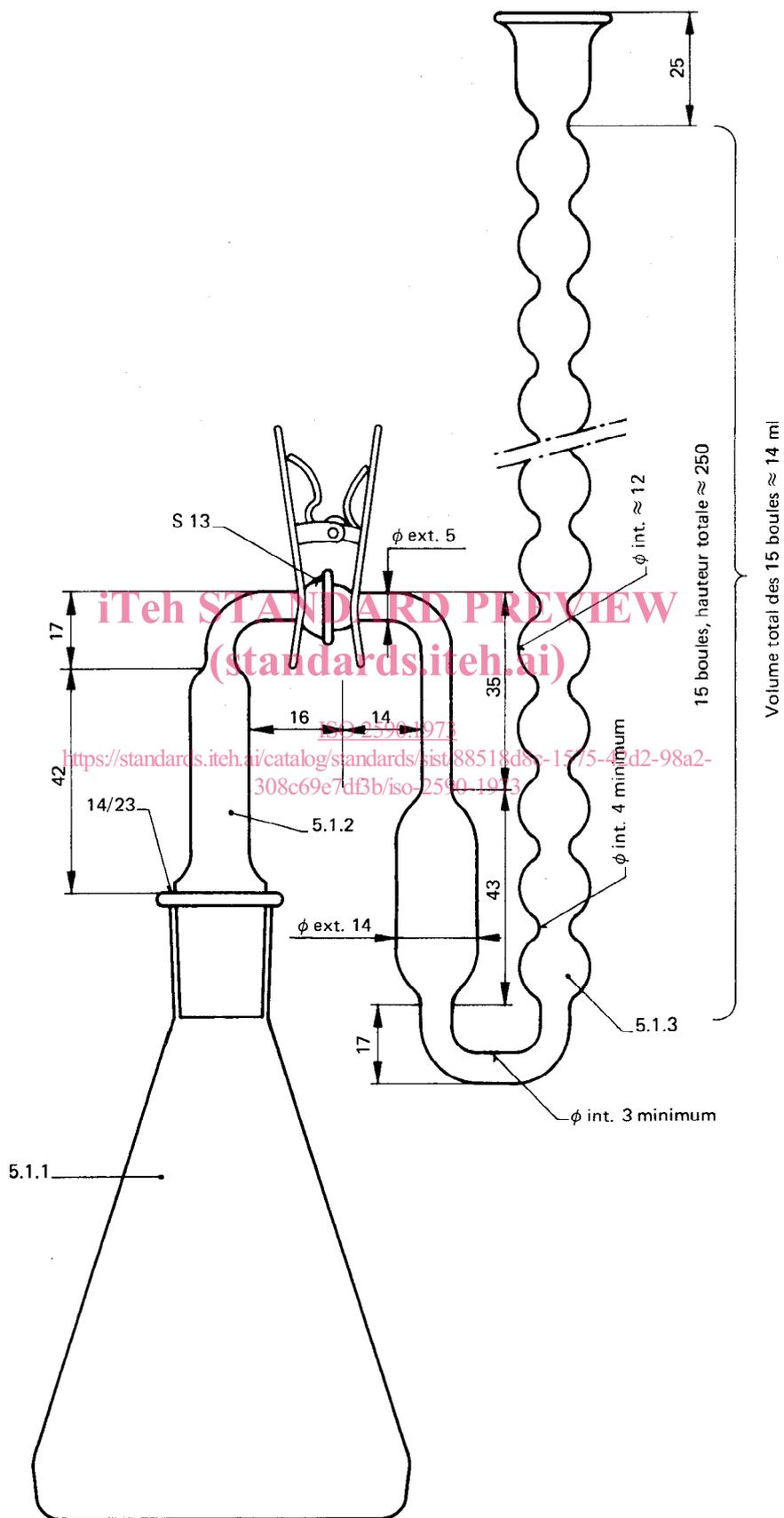
Les Normes Internationales relatives au produit considéré donneront les formules à appliquer pour le calcul final.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 2590:1973

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/88518d8c-1575-42d2-98a2-308c69e7d3b/iso-2590-1973>

Dimensions en millimètres



FIGURE

ANNEXE

UTILISATION DE ZINC EN AIGUILLES

Lorsque, pour une raison quelconque, du zinc en aiguilles est utilisé au lieu de zinc granulaire, il convient d'apporter les modifications suivantes à la méthode :

4.8 lire : «Zinc en aiguilles de 2 à 3 mm de diamètre.»

6.1 2^{ème} alinéa – lire : «En général, la préparation de la solution d'essai doit conduire à une solution dont le volume total ou le volume de la partie aliquote éventuellement prélevée pour le dosage est de 30 ml, contenant 1 à 20 µg de As, et 10 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.1). L'acidité qui en résulte est d'environ 4 N avant l'ajout de la solution d'iodure de potassium.....»

6.3.1 2^{ème} alinéa – lire : «Ajouter dans chaque fiole 10 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.1) et la quantité d'eau nécessaire pour atteindre 30 ml environ. Ajouter 2 ml de la solution d'iodure de potassium (4.6), puis 2 ml de la solution de chlorure d'étain(II) (4.7);...»

Avant-dernier alinéa – lire : «Laisser réagir pendant 1 h.»

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 2590:1973](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/88518d8c-1575-42d2-98a2-308c69e7d8b4/iso-2590-1973)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/88518d8c-1575-42d2-98a2-308c69e7d8b4/iso-2590-1973>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2590:1973

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/88518d8c-1575-42d2-98a2-308c69e7df3b/iso-2590-1973>