
NORME INTERNATIONALE



2717

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

Acide sulfurique et oléums à usage industriel — Dosage du plomb — Méthode photométrique à la dithizone

Première édition — 1973-12-01

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2717:1973

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a091ab96-6638-41fc-b25c-27fe74f1fad7/iso-2717-1973>

CDU 661.25 : 546.815 : 543.42

Réf. N° : ISO 2717-1973 (F)

Descripteurs : Acide sulfurique, dosage, plomb, 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 2717 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 47, *Chimie*, et soumise aux Comités Membres en avril 1972.

STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

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

Afrique du Sud, Rép. d'	France	Roumanie
Allemagne	Hongrie	Royaume-uni
Australie	Inde	Suède
Autriche	Irlande	Suisse
Belgique	Israël	Thaïlande
Chili	Italie	U.R.S.S.
Cuba	Nouvelle-Zélande	U.S.A.
Egypte, Rép. arabe d'	Pays-Bas	
Espagne	Pologne	

Cette Norme Internationale a également été approuvée par l'Union Internationale de Chimie Pure et Appliquée (UICPA).

Aucun Comité Membre n'a désapprouvé le document.

Acide sulfurique et oléums à usage industriel — Dosage du plomb — Méthode photométrique à la dithizone

1 OBJET

La présente Norme Internationale spécifie une méthode photométrique à la dithizone pour le dosage du plomb dans l'acide sulfurique et dans les oléums à usage industriel.

2 DOMAINE D'APPLICATION

La méthode est applicable au dosage de teneurs en plomb (Pb), supérieures à 1 mg/kg.

3 PRINCIPE

Evaporation d'une prise d'essai, reprise chlorhydrique et réduction par le chlorure d'hydroxylammonium. Formation de complexes des éléments interférents à l'aide de citrate d'ammonium et de cyanure de potassium. Extraction du plomb, à pH compris entre 8,5 et 10, par une solution de dithizone dans le chloroforme. Elimination de l'excès de dithizone par une solution ammoniacale de cyanure de potassium.

Mesurage photométrique du dithizonate de plomb en solution chloroformique, à une longueur d'onde aux environs de 520 nm.

4 RÉACTIFS

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

4.1 Chloroforme redistillé en appareil en verre borosilicaté, à joints rodés, ρ 1,471 à 1,474 g/ml.

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

4.3 Citrate d'ammonium $[\text{HOCCOOH}(\text{CH}_2\text{COONH}_4)_2]$, solution à 100 g/l.

Purification de la solution. À 100 ml de solution ajouter de la solution d'ammoniaque ρ 0,91 g/ml environ, jusqu'à atteindre un pH compris entre 8,5 et 10, en contrôlant à l'aide du papier indicateur (4.11). Transférer la solution dans une ampoule à décantation, ajouter 10 ml de la solution de dithizone (4.7) et agiter vigoureusement. Laisser décanter, soutirer la phase organique et la rejeter. Répéter les extractions avec 5 ml à la fois de la solution de dithizone (4.7), jusqu'à ce que celle-ci maintienne sa couleur verte. Laisser décanter, soutirer la phase organique et la rejeter.

4.4 Cyanure de potassium solution à 50 g/l. (Voir chapitre 6 «Avertissement»)

4.5 Chlorure d'hydroxylammonium, solution à 100 g/l.

4.6 Ammoniaque, solution 5 N environ.

NOTE — Employer une solution fraîchement préparée si l'on veut éviter un essai à blanc trop élevé, dû au plomb dissous. En effet, l'ammoniaque diluée solubilise le plomb contenu dans le verre, plus rapidement que l'ammoniaque concentrée.

4.7 Dithizone, solution chloroformique à 0,025 g/l.

Si on ne dispose pas d'un produit suffisamment pur, procéder à sa purification suivant 4.7.1.

4.7.1 Purification de la dithizone

Dissoudre 1 g de dithizone (biphénylthiocarbazone) dans 75 ml du chloroforme (4.1). Filtrer la solution en recueillant le filtrat dans une ampoule à décantation de 250 ml. Ajouter 100 ml de solution d'ammoniaque 0,2 N environ et agiter vigoureusement. Soutirer la phase organique en la recevant dans une autre ampoule à décantation et répéter trois fois encore la même opération en employant chaque fois 100 ml de solution d'ammoniaque 0,2 N environ. (La dithizone passe ainsi dans la phase aqueuse alcaline en la colorant en orange, tandis que les produits d'oxydation restent dans la phase organique qui devient d'une coloration jaune-rouge plus ou moins intense.)

Rejeter la phase organique, grouper les extraits aqueux orangés, les filtrer et les introduire dans un béccher de 1 000 ml.

Précipiter la dithizone par légère acidification au moyen d'une solution de dioxyde de soufre saturée. Laisser reposer le précipité, le filtrer sur un creuset en verre fritté et le laver avec de l'eau jusqu'à disparition de réaction acide. Essorer puis sécher complètement le précipité dans un dessiccateur contenant une solution d'acide sulfurique concentré à ρ 1,84 g/ml environ, sous vide et à l'obscurité, pendant 3 à 4 jours.

Broyer sommairement et rapidement le produit solide sec et le placer immédiatement dans un petit flacon en verre sombre. La dithizone, ainsi purifiée et stockée à l'abri de la lumière, se conserve au moins pendant 6 mois.

4.7.2 Préparation de la solution

Au moment de l'emploi, peser, à 1 mg près, 25 mg de la dithizone purifiée (4.7.1), les placer dans une fiole jaugée de 1 000 ml, les dissoudre avec le chloroforme (4.1), compléter au volume avec le même chloroforme (4.1) et homogénéiser.

Conserver la solution dans un flacon sec, en verre sombre, hermétiquement clos.

4.8 Cyanure de potassium, solution ammoniacale à 1 g/l. (Voir au chapitre 6 «Avertissement»)

Prélever 20 ml de la solution de cyanure de potassium (4.4) et les placer dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Diluer avec de l'eau, ajouter 10 ml de solution d'ammoniaque, ρ 0,88 g/ml environ, compléter au volume et homogénéiser.

4.9 Plomb, solution étalon correspondant à 1 000 g de plomb par litre.

Peser, à 0,001 g près, 1,600 g de nitrate de plomb $[Pb(NO_3)_2]$ préalablement séché à 105 °C et refroidi en dessiccateur et les placer dans un bécher de capacité convenable. Dissoudre avec un peu d'eau et 1 ml de solution d'acide nitrique, ρ 1,40 g/ml environ. 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 Pb.

4.10 Plomb, solution étalon correspondant à 0,010 g de plomb par litre.

Prélever 10,00 ml de la solution étalon de plomb (4.9), les introduire dans une fiole jaugée de 1 000 ml, ajouter 1 ml de solution d'acide nitrique, ρ 1,40 g/ml environ, compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 10 µg de Pb.

Préparer cette solution au moment de l'emploi.

4.11 Papier indicateur de pH, couvrant le domaine compris entre 8,5 et 10.

5 APPAREILLAGE

NOTE — Toute la verrerie, y compris les flacons à réactifs, doit être en verre borosilicaté, ou en une autre qualité de verre exempt de plomb ou en matière plastique. Elle doit être lavée à l'acide nitrique 7 N environ et rincée trois fois à l'eau.

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Pipette à peser, capacité 60 ml environ, à bouchons en verre rodés.

5.2 Burette, capacité 25 ml, graduée en 0,05 ml (voir ISO/R 385).

5.3 Spectrophotomètre, ou

5.4 Photocolorimètre, muni de filtres présentant un maximum de transmission entre 500 et 540 nm.

6 MODE OPÉRATOIRE

AVERTISSEMENT -- En raison de l'extrême toxicité du cyanure de potassium, ne le manipuler qu'avec toutes les précautions nécessaires. En particulier, éviter de traiter avec des acides les solutions contenant du cyanure afin d'éviter le dégagement d'acide cyanhydrique.

6.1 Prise d'essai

Remplir la pipette à peser (5.1) avec l'échantillon pour essai et prélever, en pesant par différence, à 0,02 g près, une prise d'essai de 50 g environ. Placer la prise d'essai dans un bécher de capacité convenable (250 ml, par exemple).

6.2 Essai à blanc

Effectuer parallèlement un essai à blanc en utilisant les mêmes quantités de réactifs que celles employées pour le dosage, et en suivant le même mode opératoire pour l'essai à blanc, pour le dosage et pour l'établissement de la courbe d'étalonnage.

6.3 Établissement de la courbe d'étalonnage.

6.3.1 Préparation des solutions témoins pour mesurages photométriques avec cuves de 1 cm.

Dans une série de onze ampoules à décantation de 100 ml, munies de bouchons en verre rodé, introduire 10 ml d'eau et ajouter respectivement les volumes de la solution étalon de plomb (4.10) indiqués dans le tableau suivant, mesurés avec la burette (5.2).

Solution étalon de plomb (4.10)	Masse correspondante de Pb
ml	µg
0*	0
1,0	10
2,0	20
3,0	30
4,0	40
5,0	50
6,0	60
7,0	70
8,0	80
9,0	90
10,0	100

* Solution de compensation.

Traiter chacune de ces solutions de la façon suivante :

Ajouter 1 ml de la solution de chlorure d'hydroxylammonium (4.5), 10 ml de la solution de citrate d'ammonium (4.3) et ajuster le pH entre 8,5 et 10 par

ajout, goutte à goutte, de la solution d'ammoniaque (4.6), en contrôlant à l'aide du papier indicateur (4.11). Ajouter, en agitant, 2 ml de la solution de cyanure de potassium (4.4) et ensuite 5 ml de la solution de dithizone (4.7) et extraire le dithizonate de plomb en agitant vigoureusement pendant 1 min. Laisser décanter, soutirer la phase organique en la recevant dans une fiole jaugée de 50 ml. Continuer les extractions avec des fractions successives de 5 ml de la solution de dithizone (4.7), jusqu'à ce que la dernière portion de la solution de dithizone, après agitation, reste verte. Recevoir, toujours dans la même fiole jaugée de 50 ml, les diverses fractions de phase organique soutirées, y compris la fraction demeurée verte. Compléter au volume les phases organiques avec le chloroforme (4.1) et homogénéiser.

Pour éliminer l'excès de dithizone présent dans la phase organique, procéder par extraction avec le nombre minimum de traitements successifs par des fractions de 5 ml de la solution ammoniacale de cyanure (4.8) jusqu'à ce que celle-ci ne soit plus colorée en jaune par la dithizone. Soutirer ensuite la phase organique, qui aura une coloration rose limpide, et la filtrer à travers un papier filtre, «lavé à l'acide» et sec, en recueillant le filtrat dans un récipient sec.

NOTE – Les dithizonates sont particulièrement sensibles à la lumière ultra-violet et doivent, de ce fait, être protégés de l'action directe du soleil ou de la lumière produite par les tubes d'éclairage fluorescents.

6.3.2 Mesures photométriques

Effectuer les mesurages photométriques à l'aide du spectrophotomètre (5.3) au maximum de la courbe d'absorption (longueur d'onde aux environs de 520 nm) ou à l'aide du photolorimètre (5.4) 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 de plomb (Pb) contenues dans 50 ml de solution témoin et, sur l'axe des ordonnées, les valeurs correspondantes de l'absorbance.

6.4 Dosage

6.4.1 Préparation de la solution d'essai

Placer le bécher contenant la prise d'essai (6.1) sur un bain de sable et évaporer avec précaution sous une hotte bien ventilée jusqu'à siccité. Refroidir, reprendre avec 2 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.2) et 25 ml d'eau et chauffer modérément pour parfaire la dissolution. Laisser refroidir, transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de capacité convenable, compléter au volume et homogénéiser.

6.4.2 Extraction du dithizonate de plomb

Selon la teneur en Pb à doser, prélever une partie aliquote de la solution d'essai (6.4.1) contenant de 10 à 100 µg de Pb et la recevoir dans une ampoule à décantation de capacité convenable. Poursuivre ensuite la détermination comme indiqué en 6.3.1 à partir du premier alinéa après le tableau, pour la préparation des solutions témoins.

NOTE – Si la teneur en Pb à doser est de l'ordre de 1 mg/kg, employer pour l'extraction du dithizonate de plomb la totalité de la solution d'essai, sans dilution.

6.4.3 Mesures photométriques

Effectuer les mesurages photométriques de la solution chloroformique du dithizonate de plomb provenant de la solution d'essai et de celle provenant de l'essai à blanc selon les modalités décrites en 6.3.2, après avoir ajusté l'appareil au zéro d'absorbance par rapport au chloroforme (4.1).

7 EXPRESSION DES RÉSULTATS

Au moyen de la courbe d'étalonnage (voir 6.3.3), déterminer la quantité de plomb correspondant aux valeurs des mesures photométriques.

La teneur en plomb (Pb) est donnée, en milligrammes par kilogramme, par la formule

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

où

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

m_1 est la masse, en microgrammes, de plomb trouvé dans la partie aliquote de la solution d'essai;

m_2 est la masse, en microgrammes, de plomb trouvé dans une partie aliquote correspondante de la solution de l'essai à blanc;

D est le rapport entre le volume de la solution d'essai et la partie aliquote prélevée pour l'extraction du dithizonate de plomb.

8 REMARQUE SUR LE MODE OPÉRATOIRE

Tout le chloroforme employé au cours de l'analyse peut être récupéré. Dans ce but, réunir les phases organiques et éliminer d'abord le plomb par agitation avec une solution aqueuse d'acide chlorhydrique. Éliminer ensuite la dithizone par agitation de la phase organique avec une solution ammoniacale. Répéter ce traitement jusqu'à ce que le chloroforme devienne incolore. Le laver alors par agitation avec de l'eau et le distiller enfin dans un appareil en verre borosilicaté, à joints rodés, en présence d'un peu de pentoxyde de phosphore. Point d'ébullition 61,2 °C.

9 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

Le procès-verbal d'essai doit contenir les indications suivantes :

a) référence de la méthode utilisée;

b) résultats, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;

c) compte-rendu de tous détails particuliers éventuels relevés au cours de l'essai;

d) compte-rendu de toutes opérations non prévues dans la présente Norme Internationale, ou facultatives.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 2717:1973](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a091ab96-6638-41fc-b25c-27fe74f1fad7/iso-2717-1973)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a091ab96-6638-41fc-b25c-27fe74f1fad7/iso-2717-1973>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2717:1973

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a091ab96-6638-41fc-b25c-27fe74f1fad7/iso-2717-1973>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2717:1973

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a091ab96-6638-41fc-b25c-27fe74f1fad7/iso-2717-1973>