
NORME INTERNATIONALE 2829

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

Oxyde d'aluminium principalement utilisé pour la production de l'aluminium – Dosage du phosphore – Méthode spectrophotométrique au phosphomolybdate réduit

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Première édition – 1973-12-15

[ISO 2829:1973](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7a6fc438-8246-4f81-bfdf-f5af27a168cc/iso-2829-1973>

CDU 661.862.22 : 546.18 : 543.42

Réf. N° : ISO 2829-1973 (F)

Descripteurs : oxyde d'aluminium, analyse chimique, dosage, phosphore, spectrophotométrie.

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 2829 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 47, *Chimie*, et soumise aux Comités Membres en juin 1972.

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

Afrique du Sud, Rép. d'	Inde	ISO 2829:1973
Allemagne	Irlande	Royaume-Uni
Australie	Italie	Suède
Autriche	Maroc	Suisse
Belgique	Pays-Bas	Tchécoslovaquie
Canada	Pologne	Thaïlande
France	Portugal	Turquie
Hongrie	Roumanie	U.R.S.S.

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

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

Nouvelle-Zélande

Oxyde d'aluminium principalement utilisé pour la production de l'aluminium – Dosage du phosphore – Méthode spectrophotométrique au phosphomolybdate réduit

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie une méthode spectrophotométrique au phosphomolybdate d'ammonium réduit, pour le dosage du phosphore dans l'oxyde d'aluminium principalement utilisé pour la production de l'aluminium.

La méthode est applicable aux teneurs en phosphore, exprimées en P_2O_5 , supérieures à 0,000 5 %.

2 RÉFÉRENCE

ISO/R 804, *Oxyde d'aluminium principalement utilisé pour la production de l'aluminium – Mise en solution en vue de l'analyse.*

3 PRINCIPE

Mise en solution d'une prise d'essai par fusion alcaline, soit avec un mélange de carbonate de sodium et d'acide borique, soit avec un mélange de carbonate de sodium et de tétraborate de sodium. Reprise de la masse fondue par l'acide nitrique et, sur une partie aliquote appropriée, ajustement du pH à 2.

Formation du complexe phosphomolybdique et extraction par le méthyl-2 propanol-1 (alcool iso-butylique) en milieu sulfurique.

Réduction du complexe par le chlorure d'étain(II) ajouté à la phase organique, et mesurage spectrophotométrique du complexe réduit contenu dans la phase organique, à une longueur d'onde aux environs de 730 nm.

4 RÉACTIFS

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

4.1 Carbonate de sodium, anhydre.

4.2 Acide borique (H_3BO_3), ou en alternative

4.2.1 Tétraborate de sodium, anhydre ($Na_2B_4O_7$).

4.3 Méthyl-2 propanol-1 (alcool iso-butylique), ρ 0,805 g/ml environ.

4.4 Acide nitrique, solution 8 N environ.

Diluer 540 ml de solution d'acide nitrique ρ 1,40 g/ml

environ, solution à environ 68 % (*m/m*), avec de l'eau et compléter le volume à 1 000 ml.

4.5 Acide sulfurique, solution 10 N environ.

Ajouter, avec précaution et par petites fractions, 280 ml d'acide sulfurique ρ 1,84 g/ml environ (solution à 96 % *m/m* environ) dans environ 500 ml d'eau, et, après refroidissement, compléter le volume à 1 000 ml.

4.6 Acide sulfurique, solution N environ.

Diluer 100 ml de la solution d'acide sulfurique (4.5) avec de l'eau, et compléter le volume à 1 000 ml.

4.7 Acide sulfurique, solution 0,5 N environ.

Diluer 250 ml de la solution d'acide sulfurique (4.6) avec de l'eau, et compléter le volume à 500 ml.

4.8 Acétate d'ammonium, solution à 500 g/l.

4.9 Sulfate de fer(III), solution acide.

Dissoudre 0,5 g de sulfate de fer(III) nonahydraté [$Fe_2(SO_4)_3 \cdot 9H_2O$] dans 50 ml d'eau contenant 2 ml de solution d'acide perchlorique ρ 1,60 g/ml environ (solution à 64,5 % *m/m* environ), et compléter le volume à 100 ml.

1 ml de cette solution contient 0,001 g environ de Fe(III).

NOTE — Si on ne dispose pas de sulfate de fer(III) nonahydraté, de qualité analytique reconnue, on peut employer le sulfate double d'ammonium-fer(III) dodécahydraté. Dans ce cas, pour avoir une solution finale de la même concentration en Fe(III), dissoudre, au lieu de 0,5 g de sulfate de fer(III) nonahydraté, 0,86 g de sulfate double d'ammonium-fer(III) dodécahydraté [$FeNH_4(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$].

4.10 Sulfate d'ammonium et de fer(II), solution acide.

Dissoudre 0,5 g de sulfate d'ammonium et de fer(II) hexahydraté [$Fe(NH_4)_2(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$] dans 50 ml d'eau contenant 0,5 ml de solution d'acide perchlorique ρ 1,60 g/ml environ (solution à 64,5 % *m/m* environ) et compléter le volume à 100 ml.

1 ml de cette solution contient 0,000 7 g environ de Fe(II).

Préparer cette solution au moment de l'emploi.

4.11 Molybdate d'ammonium, solution acide à 25 g/l.

Dissoudre 5 g de molybdate d'ammonium tétrahydraté [(NH₄)₆Mo₇O₂₄·4H₂O] dans de l'eau à 60 °C. Refroidir, et compléter le volume à 100 ml. Ajouter à la solution 100 ml de la solution d'acide sulfurique (4.5), et homogénéiser.

Conserver la solution dans un récipient en matière plastique.

4.12 Solution de lavage.

Saturer, à la température ambiante, environ 500 ml de la solution d'acide sulfurique (4.7) avec le méthyl-2 propanol-1 (4.3).

4.13 Chlorure d'étain(II), solution chlorhydrique à 2,38 g/l.

Dissoudre 1,19 g de chlorure d'étain(II) bihydraté (Sn Cl₂·2H₂O) dans 85 ml de solution d'acide chlorhydrique ρ 1,19 g/ml environ, (solution à 38 % (m/m) environ), compléter le volume à 500 ml et transvaser la solution dans un récipient en matière plastique.

Préparer cette solution au moment de l'emploi.

4.14 Phosphore, solution étalon correspondant à 0,400 g de P₂O₅ par litre.

Peser à 0,000 1 g près, 0,766 8 g de dihydrogénophosphate de potassium anhydre (KH₂PO₄), préalablement desséché sur de l'acide sulfurique 12 N environ; 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 étalon contient 0,4 mg de P₂O₅.

4.15 Phosphore, solution étalon correspondant à 0,010 g de P₂O₅ par litre.

Prélever 25,0 ml de la solution étalon de phosphore (4.14), les introduire dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 0,01 mg de P₂O₅.

4.16 Phosphore, solution étalon correspondant à 0,001 0 g de P₂O₅ par litre.

Prélever 25,0 ml de la solution étalon de phosphore (4.15), les introduire dans une fiole jaugée de 250 ml, compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 0,001 mg de P₂O₅.

5.3 Ampoules à décanter, de 200 ml, à bouchons rodés.

5.4 pH-mètre, muni d'une électrode en verre.

5.5 Spectrophotomètre.

NOTE — Toute la verrerie, y compris les flacons à réactifs, doit être en verre borosilicaté ou en autre qualité de verre ne cédant pas de phosphore.

Utiliser, en alternative, du matériel en matière plastique. Laver soigneusement la verrerie à l'aide d'une solution d'acide chlorhydrique 6 N environ, puis la rincer abondamment à l'eau.

6 MODE OPÉRATOIRE

6.1 Préparation de la solution d'essai (solution principale P)

Procéder, en utilisant l'appareillage 5.1 selon les indications des paragraphes 5.1, 5.2 et 5.3 de ISO/R 804, en portant le volume de la solution principale P à 250 ml.

6.2 Essai à blanc

Effectuer, parallèlement au dosage, un essai à blanc en l'absence d'oxyde d'aluminium pur, selon les indications du paragraphe 5.4.2 de ISO/R 804. Procéder ensuite en utilisant les mêmes quantités de tous les réactifs que celles utilisées pour le dosage et en suivant le même mode opératoire.

6.3 Etablissement de la courbe d'étalonnage

6.3.1 Préparation des solutions témoins, se rapportant à des mesurages spectrophotométriques exécutées avec un parcours optique de 1 cm.

6.3.1.1 PRÉLÈVEMENTS DE LA SOLUTION ÉTALON

Dans une série de six ampoules à décanter (5.3), introduire, respectivement, les volumes de la solution étalon de phosphore (4.16) indiqués dans le tableau suivant, mesurés avec la burette (5.2).

Solution étalon de phosphore (4.16)	Masse correspondante de P ₂ O ₅
ml	mg
0*	0
5,0	0,005
10,0	0,010
15,0	0,015
20,0	0,020
25,0	0,025

* Solution de compensation.

Ajouter, dans chaque ampoule à décanter, la quantité d'eau nécessaire pour compléter le volume à 60 ml, 1 ml de la solution de sulfate de fer(III) (4.9) et 1 ml de la solution de sulfate d'ammonium et de fer(II) (4.10), et homogénéiser.

5 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire et

5.1 Appareillage spécifié en ISO/R 804.

5.2 Burette, graduée à 0,05 ml (voir ISO/R 385).

6.3.1.2 FORMATION DU COMPLEXE PHOSPHOMOLYBDIQUE OXYDÉ ET EXTRACTION DU COMPLEXE RÉDUIT

Ajouter, dans chaque ampoule à décanter, 3 ml de la solution d'acide sulfurique (4.6) et ensuite 7,5 ml de la solution de molybdate d'ammonium (4.11), mélanger et laisser reposer durant 10 min. Ajouter 25 ml de méthyl-2 propanol-1 (4.3), et agiter vigoureusement pendant 1 min. Laisser décanter, soutirer la phase aqueuse et la rejeter. Ajouter à la phase organique 30 ml de la solution de lavage (4.12), agiter pendant 1 min, soutirer la phase aqueuse et la rejeter. Répéter ce lavage encore une fois.

Ajouter alors 30 ml de la solution d'acide sulfurique (4.6) et 0,5 ml de la solution de chlorure d'étain (4.13), agiter pendant 30 s, laisser décanter, soutirer la phase aqueuse et la rejeter.

Transférer la phase organique dans une fiole jaugée de 25 ml, préalablement séchée. Laver l'ampoule à décantation avec 1 à 2 ml de méthyl-2 propanol-1 (4.3), en recevant le lavage dans la même fiole jaugée. Compléter ensuite au volume avec le même méthyl-2 propanol-1 (4.3). Homogénéiser et laisser reposer à l'abri de la lumière durant 10 min au moins.

6.3.2 Mesures spectrophotométriques

Après 10 min, mais avant 60 min, effectuer les mesurages au spectrophotomètre (5.5) à une longueur d'onde aux environs de 730 nm, après avoir 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 milligrammes, des masses de P_2O_5 contenues dans 25 ml de solution témoin, et sur l'axe des ordonnées les valeurs correspondantes de l'absorbance.

6.4 Dosage

6.4.1 Traitement de la solution d'essai

Prélever un volume de la solution d'essai (6.1), contenant une masse de phosphore correspondant de 0,015 à 0,025 mg de P_2O_5 . Ajuster la valeur du pH à $2 \pm 0,1$ par ajout, par petites fractions, de la solution d'acétate d'ammonium (4.8), en contrôlant au moyen du pH-mètre (5.4). Transférer quantitativement la solution dans une ampoule à décanter (5.3).

Amener le volume de la solution à 60 ml environ, et ajouter ensuite 1 ml de la solution de sulfate de fer(III) (4.9), 1 ml de la solution de sulfate d'ammonium et de fer(II) (4.10), et homogénéiser.

6.4.2 Formation du complexe phosphomolybdique oxydé et extraction du complexe réduit

Procéder d'après les modalités décrites en 6.3.1.2.

6.4.3 Mesures spectrophotométriques

Effectuer les mesurages spectrophotométriques de la phase organique provenant de la solution d'essai et de celle provenant de la solution de l'essai à blanc, selon les indications données en 6.3.2, après avoir ajusté le spectrophotomètre (5.5) au zéro d'absorbance par rapport au méthyl-2 propanol-1 (4.3).

7 EXPRESSION DES RÉSULTATS

Au moyen de la courbe d'étalonnage (6.3.3), déterminer la masse de P_2O_5 correspondant aux valeurs de l'absorbance.

La teneur en phosphore, exprimée en pentoxyde de phosphore (P_2O_5), est donnée, en pourcentage en masse, par la formule

$$\frac{(m_1 - m_2) \times D \times 100}{1\,000 \times m_0} = \frac{(m_1 - m_2) \times D}{10 \times m_0}$$

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai utilisée pour la préparation de la solution principale P;

m_1 est la masse, en milligrammes, de P_2O_5 trouvé dans la partie aliquote de la solution d'essai;

m_2 est la masse, en milligrammes, de P_2O_5 trouvé dans une partie aliquote correspondante de la solution de l'essai à blanc;

D est le rapport entre le volume de la solution principale P et le volume de la partie aliquote de cette solution prélevé pour le dosage.

8 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

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

- 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 le document auquel il est fait référence, ou facultatives.

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2829:1973

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7a6fc438-8246-4f81-bfd1-f5af27a168cc/iso-2829-1973>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2829:1973

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7a6fc438-8246-4f81-bfdf-f5af27a168cc/iso-2829-1973>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2829:1973

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7a6fc438-8246-4f81-bfdf-f5af27a168cc/iso-2829-1973>