
NORME INTERNATIONALE



2997

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

Acide phosphorique à usage industriel — Dosage des sulfates — Méthode par réduction et titrimétrie

Phosphoric acid for industrial use — Determination of sulphate content — Method by reduction and titrimetry

iTeh STANDARD PREVIEW

Première édition — 1974-11-01

(standards.iteh.ai)

[ISO 2997:1974](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/60a97f9a-9d0f-4123-96f4-4bab9eba03a2/iso-2997-1974>

CDU 661.634 : 546.226 : 543.242

Réf. N° : ISO 2997-1974 (F)

Descripteurs : acide phosphorique, analyse chimique, dosage, sulfate, méthode volumétrique.

AVANT-PROPOS

L'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 2997 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 47, *Chimie*, et soumise aux Comités Membres en décembre 1972.

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

Afrique du Sud, Rép. d'	Hongrie	Royaume-Uni
Allemagne	Inde	Suède
Australie	Israël	Suisse
Belgique	Italie	Tchécoslovaquie
Brésil	Nouvelle-Zélande	Thaïlande
Espagne	Pays-Bas	Turquie
France	Pologne	Yougoslavie

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

Les Comités Membres des pays suivants ont désapprouvé le document pour des raisons techniques :

Autriche
Bulgarie

Acide phosphorique à usage industriel – Dosage des sulfates – Méthode par réduction et titrimétrie

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie une méthode de dosage des sulfates, par réduction et titrimétrie, dans l'acide phosphorique (orthophosphorique) à usage industriel, applicable aux produits ayant une teneur en sulfates, exprimée en SO_4 , supérieure ou égale à 0,000 5 % (*m/m*).

2 PRINCIPE

Réduction des sulfates en sulfures par un mélange d'acide iodhydrique et d'acide hypophosphoreux.

Absorption du sulfure d'hydrogène dégagé dans un mélange d'acétone et de solution d'hydroxyde de sodium. Titration par une solution titrée d'acétate de mercure(II), en présence de dithizone comme indicateur.

3 RÉACTIFS

Au cours de l'analyse, n'utiliser que des réactifs de qualité analytique reconnue, et que de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

3.1 Acide iodhydrique, ρ 1,71 g/ml environ, solution à 57 % (*m/m*) environ.

3.2 Acide hypophosphoreux [$\text{H}(\text{H}_2\text{PO}_2)$], ρ 1,21 g/ml environ, solution à 50 % (*m/m*) environ.

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

3.4 Solution réductrice.

Dans une fiole de 1 000 ml à col rodé adaptable à un réfrigérant à reflux, introduire, dans l'ordre, sous courant d'azote (3.10), 100 ml de la solution d'acide iodhydrique (3.1), 25 ml de la solution d'acide hypophosphoreux (3.2) et 100 ml de la solution d'acide chlorhydrique (3.3). Relier la fiole au réfrigérant à reflux et, tout en faisant barboter un léger courant d'azote, faire bouillir sous reflux durant 4 h.

Refroidir ensuite jusqu'à la température ambiante, en maintenant le courant d'azote.

Conserver la solution en flacon en verre sombre purgé préalablement avec de l'azote, muni d'un bouchon rodé.

3.5 Sulfate de sodium, solution étalon de référence 0,001 M.

Peser, à 0,000 1 g près, 0,142 0 g de sulfate de sodium anhydre, préalablement desséché à 110 °C et refroidi en dessiccateur. Les introduire dans une fiole jaugée de 1 000 ml, les dissoudre avec de l'eau, compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution correspond à 96 μg de SO_4 .

3.6 Acétate de mercure(II), solution titrée 0,001 M.

Peser, à 0,000 1 g près, 0,318 7 g d'acétate de mercure(II) [$\text{Hg}(\text{CH}_3\text{COO})_2$]. Les introduire dans une fiole jaugée de 1 000 ml, les dissoudre avec de l'eau, compléter au volume et homogénéiser.

On peut employer, en variante, une solution titrée 0,001 M de nitrate de mercure(II).

3.6.1 Nitrate de mercure(II), solution titrée 0,001 M.

Peser $10,85 \pm 0,01$ g d'oxyde de mercure(II) (HgO), les placer dans un béccher de capacité convenable (100 ml, par exemple) et les dissoudre dans 10 ml d'une solution d'acide nitrique ρ 1,40 g/ml environ, solution à 68 % (*m/m*) environ.

Diluer la solution, la transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser. (On obtient ainsi une solution 0,05 M, correspondant à 0,1 N.)

Prélever 20,00 ml de cette solution, les introduire dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

Préparer cette dernière solution au moment de l'emploi.

NOTES

1 Dans la plupart des laboratoires, on disposera d'une solution titrée 0,1 N exacte de nitrate de mercure(II) (correspondant à une solution 0,05 M), utilisée couramment pour le dosage des chlorures par mercurimétrie.

2 Les titres des solutions 3.6 et 3.6.1 ainsi préparées sont suffisamment exacts, compte tenu des faibles quantités de sulfates à doser. Un étalonnage n'est donc pas nécessaire.

3.7 Acétone.

3.8 Dithizone, solution acétonique à 0,5 g/l.

3.9 Hydroxyde de sodium, solution N environ.

3.10 Azote.

4 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et

4.1 Microburette, graduée en 0,01 ml.

4.2 Appareil pour la réduction et la distillation (du type représenté par la figure), dont tous les éléments sont raccordés par l'intermédiaire de joints rodés.

5 MODE OPÉRATOIRE

5.1 Prise d'essai

Peser, à 0,000 1 g près, une masse de l'échantillon pour essai, inférieure à 10 g, telle qu'elle contienne une masse de SO_4 comprise entre 50 et 200 μg .

NOTE — La prise d'essai ne doit pas contenir plus de 2 ml d'eau.

5.2 Essai de contrôle

Cet essai a pour but de contrôler l'étanchéité de l'appareil (4.2) et son fonctionnement (réduction des composés soufrés et récupération quantitative du sulfure d'hydrogène dégagé).

Introduire dans le tube à essai de l'appareil (4.2), 5 ml de la solution d'hydroxyde de sodium (3.9), 5 ml d'acétone (3.7) et 0,1 ml de la solution de dithizone (3.8).

Homogénéiser et ajouter, goutte à goutte, la solution d'acétate de mercure(II) (3.6) jusqu'au virage du jaune au rose.

Introduire dans la fiole de réduction propre et sèche, 2,00 ml de la solution étalon de référence de sulfate de sodium (3.5). Relier les différentes parties de l'appareil (4.2) comme indiqué sur la figure, en ayant soin d'enduire légèrement les joints rodés avec une graisse au silicone et de les serrer avec des ressorts appropriés, afin d'assurer la parfaite étanchéité de l'appareil. Faire passer, à travers le tube adducteur, un léger courant d'azote. (3.10) (2 à 3 bulles par seconde). Introduire ensuite 15 ml de la solution réductrice (3.4) dans la fiole de réduction au moyen de l'ampoule à robinet, en exerçant une légère pression d'azote.

Tout en maintenant le courant d'azote par le tube adducteur, plonger partiellement (70 mm environ) la fiole de réduction dans un bain d'eau bouillante durant au moins 30 min. Faire passer ensuite l'azote à travers l'ampoule à robinet durant 5 min.

Le sulfure d'hydrogène libéré par la réaction est absorbé dans la solution, contenue dans le tube à essai, qui redeviendra jaune.

NOTE — Une éventuelle coloration bleu-vert indique qu'une forte quantité d'acide chlorhydrique a été entraînée et qu'il faut donc répéter l'essai.

Débrancher les différentes parties de l'appareil (4.2), laver le tube de liaison avec quelques millilitres d'un mélange à parties égales d'eau et d'acétone (3.7), en recevant les liquides de lavage dans le tube à essai. Titrer la solution obtenue au moyen de la solution d'acétate de mercure(II) (3.6), contenue dans la microburette (4.1) jusqu'à nouvelle coloration rose.

L'essai de contrôle est déclaré satisfaisant si le volume de la solution titrée d'acétate de mercure(II) (3.6) utilisé pour le titrage est compris entre 1,90 et 2,10 ml, après déduction du résultat de l'essai à blanc (5.4). Sinon, contrôler l'appareil vis-à-vis des fuites.

5.3 Dosage

Introduire la prise d'essai (5.1) dans la fiole de réduction de l'appareil (4.2). Relier les différentes parties de l'appareil à la fiole de réduction contenant la prise d'essai (5.1). Introduire, dans le tube à essai, 5 ml de la solution d'hydroxyde de sodium (3.9), 5 ml d'acétone (3.7) et 0,1 ml de la solution de dithizone (3.8). Homogénéiser et ajouter, goutte à goutte, la solution titrée d'acétate de mercure(II) (3.6) jusqu'au virage du jaune au rose.

Faire passer un courant d'azote à travers l'appareil et ajouter par l'ampoule à robinet, en exerçant une légère pression d'azote, 15 ml de la solution réductrice (3.4).

Poursuivre comme indiqué en 5.2 pour l'exécution de l'essai de contrôle.

5.4 Essai à blanc

Conduire un essai à blanc dans les mêmes conditions que le dosage (5.3), mais en remplaçant la prise d'essai (5.1) par 2 ml d'eau.

6 EXPRESSION DES RÉSULTATS

La teneur en sulfates, exprimée en SO_4 , est donnée, en pourcentage en masse, par la formule

$$\frac{(V_1 - V_0) \times 96 \times 100}{1\ 000\ 000\ m_0} = \frac{(V_1 - V_0) \times 0,009\ 6}{m_0}$$

où

V_1 est le volume, en millilitres, de la solution titrée d'acétate de mercure(II) (3.6) utilisé pour le dosage;

V_0 est le volume, en millilitres, de la solution titrée d'acétate de mercure(II) (3.6) utilisé pour l'essai à blanc;

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai (5.1);

96 est la masse, en microgrammes, de SO_4 correspondant à 1 ml de la solution titrée d'acétate de mercure(II) (3.6).

7 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 relevés éventuellement 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 2997:1974](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/60a97f9a-9d0f-4123-96f4-4bab9eba03a2/iso-2997-1974)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/60a97f9a-9d0f-4123-96f4-4bab9eba03a2/iso-2997-1974>

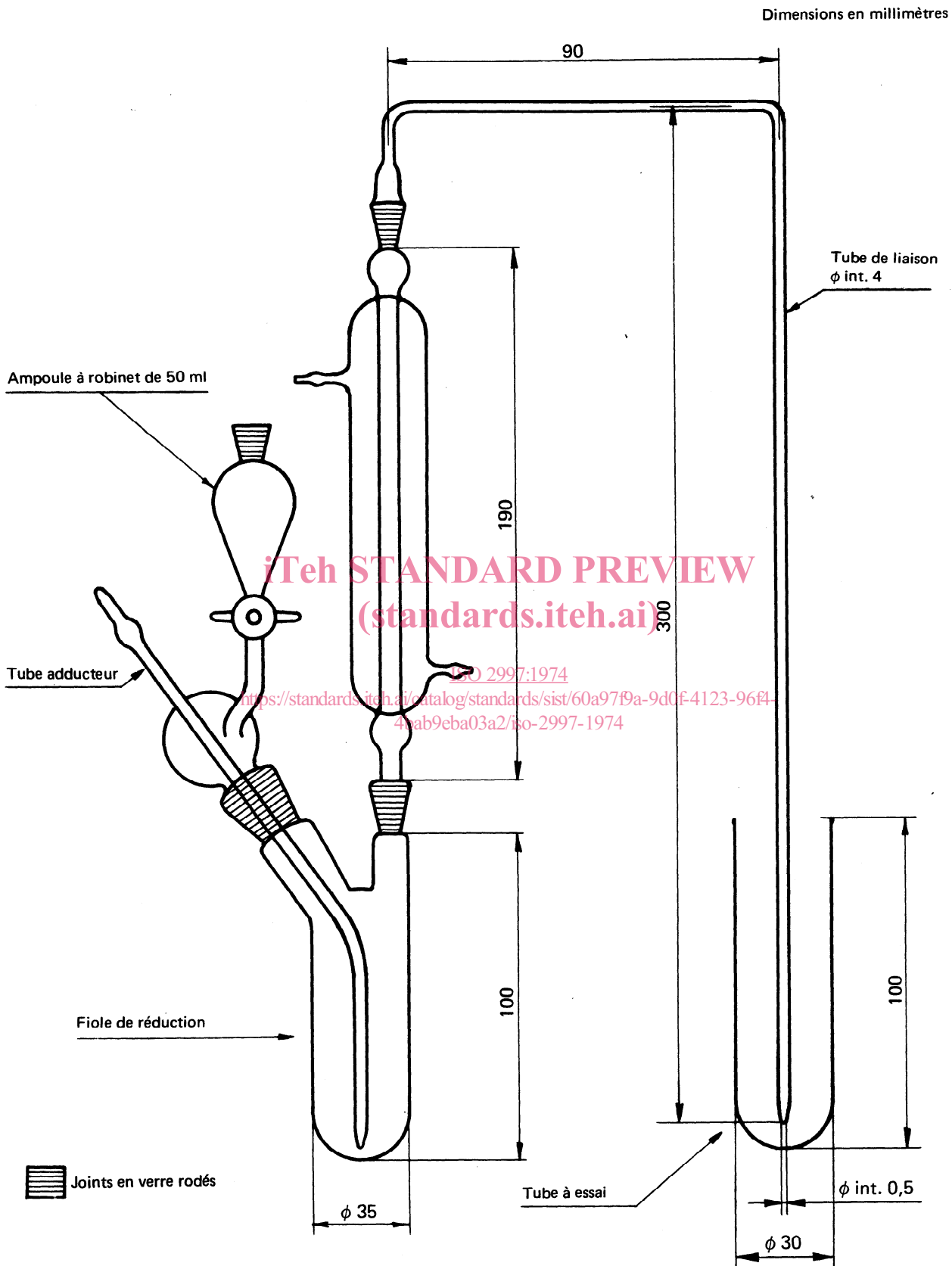


FIGURE — Appareil typique de réduction et distillation

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2997:1974

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/60a97f9a-9d0f-4123-96f4-4bab9eba03a2/iso-2997-1974>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2997:1974

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/60a97f9a-9d0f-4123-96f4-4bab9eba03a2/iso-2997-1974>