

---

# NORME INTERNATIONALE



# 3361

---

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

---

## Acide phosphorique à usage industriel — Dosage de la silice soluble — Méthode spectrophotométrique au molybdosilicate réduit

*Phosphoric acid for industrial use — Determination of soluble silica content — Reduced molybdosilicate spectrophotometric method*

Première édition — 1975-07-15

**(standards.iteh.ai)**

[ISO 3361:1975](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/08789fc1-bf81-46ee-96d6-399af379326b/iso-3361-1975)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/08789fc1-bf81-46ee-96d6-399af379326b/iso-3361-1975>

---

CDU 661.634 : 546.284 : 543.42

Réf. n° : ISO 3361-1975 (F)

**Descripteurs** : acide phosphorique, analyse chimique, dosage, silice, méthode spectrophotométrique.

## 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 3361 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 47, *Chimie*, et soumise aux Comités Membres en janvier 1974.

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

Afrique du Sud, Rép. d'	Hongrie	Royaume-Uni
Allemagne	Inde	Suisse
Belgique	Israël	Tchécoslovaquie
Bulgarie	Italie	Thaïlande
Chili	Nouvelle-Zélande	Turquie
Égypte, Rép. arabe d'	Pays-Bas	U.R.S.S.
Espagne	Pologne	Yougoslavie
France	Roumanie	

Aucun Comité Membre n'a désapprouvé le document.

# Acide phosphorique à usage industriel – Dosage de la silice soluble – Méthode spectrophotométrique au molybdosilicate réduit

## 1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie une méthode photométrique au molybdosilicate réduit pour le dosage de la silice soluble contenue dans l'acide phosphorique à usage industriel.

La méthode permet de doser 1 µg de silice (SiO<sub>2</sub>) soluble, en présence de 20 mg de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>. Elle est donc applicable au dosage des teneurs en silice (SiO<sub>2</sub>) soluble supérieures à 30 mg/kg si l'acide phosphorique est à 60 % de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>.

## 2 PRINCIPE

Dépolymérisation de la silice éventuellement polymérisée par traitement aux acides fluorhydrique et borique. Formation du molybdosilicate oxydé (jaune) dans des conditions bien définies d'acidité (pH 1 ± 0,05).

Réduction sélective du complexe en milieu sulfurique d'acidité élevée et en présence d'acide oxalique pour éliminer l'interférence des phosphates.

Mesurage spectrophotométrique du complexe coloré à une longueur d'onde correspondant au maximum d'absorption (aux environs de 795 nm).

## 3 RÉACTIFS

Au cours de l'analyse, n'utiliser que des réactifs de qualité analytique reconnue, et que de l'eau bidistillée.

**3.1 Acide sulfurique**, solution 4 N environ.

**3.2 Acide sulfurique**, solution 16 N environ.

**3.3 Molybdate de sodium**, solution à 274 g/l.

Dissoudre, dans un bécher en matière exempte de silice, de capacité convenable, 27,4 g de molybdate de sodium dihydraté (Na<sub>2</sub>MoO<sub>4</sub>·2H<sub>2</sub>O) dans de l'eau chaude et, après refroidissement, compléter le volume à 100 ml. Transvaser la solution dans un flacon en matière exempte de silice et filtrer avant l'emploi, si nécessaire.

**3.4 Acide oxalique**, solution à 100 g/l.

Conserver la solution dans un flacon en matière exempte de silice.

**3.5 Acide ascorbique**, solution à 25 g/l.

Dissoudre 2,5 g d'acide ascorbique dans de l'eau et compléter le volume à 100 ml.

Conserver la solution dans un flacon en matière exempte de silice et à l'abri de la lumière.

La solution d'acide ascorbique doit être préparée au moment de l'emploi.

Ou, en variante,

**3.6 Solution réductrice**

**3.6.1** Dissoudre 7 g de sulfite de sodium anhydre (Na<sub>2</sub>SO<sub>3</sub>) dans 50 ml d'eau. Ajouter ensuite 1,5 g d'acide 4-amino-3 hydroxynaphthalène-1-sulfonique (C<sub>10</sub>H<sub>9</sub>NO<sub>4</sub>S), et les dissoudre en triturant.

**3.6.2** Dissoudre 90 g de métabisulfite de sodium anhydre (Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>5</sub>) dans 900 ml d'eau.

**3.6.3** Mélanger les deux solutions (3.6.1) et (3.6.2), et compléter le volume à 1 000 ml. Filtrer si nécessaire et conserver la solution au frais dans un flacon sombre, en matière exempte de silice.

**3.7 Fluorure de sodium**, solution à 20 g/l.

Conserver cette solution dans un flacon en matière exempte de silice.

**3.8 Acide borique**, solution saturée à la température ambiante.

**3.9 Silice, solution étalon** correspondant à 0,200 g de SiO<sub>2</sub> par litre.

Dans un creuset en platine, de capacité convenable, peser à 0,001 g près, 0,200 g de SiO<sub>2</sub> provenant de l'acide silicique pur (H<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>), calciné à 1 000 °C jusqu'à masse constante (c'est-à-dire jusqu'à ce que deux pesées consécutives ne diffèrent pas de plus de 1 mg) et refroidi en dessiccateur. Ajouter, dans le creuset, 2 g de carbonate de sodium anhydre; bien mélanger, de préférence avec une spatule en platine, et faire fondre soigneusement. Ajouter, directement dans le creuset, de l'eau chaude, chauffer modérément jusqu'à complète dissolution et transvaser quantitativement dans un bécher en matière exempte de silice, de capacité convenable.

Refroidir, diluer la solution à 500 ml environ, la transvaser ensuite quantitativement dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser. Transvaser immédiatement la solution dans un flacon en matière exempte de silice.

1 ml de cette solution étalon contient 0,200 mg de SiO<sub>2</sub>.

**3.10 Silice, solution étalon** correspondant à 2,00 mg de SiO<sub>2</sub> par litre.

Prélever 10,0 ml de la solution étalon de silice (3.9), les introduire dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 2,0 µg de SiO<sub>2</sub>.

Préparer cette solution au moment de l'emploi.

**4 APPAREILLAGE**

Matériel courant de laboratoire, et

**4.1 Bêchers**, de capacité 50 ml, en matière exempte de silice.

**4.2 Fioles jaugées**, de capacité 50 ml, munies de bouchons, en matière exempte de silice.

**4.3 pH-mètre**, muni d'une électrode de mesurage en verre et d'une électrode de référence au calomel, sensibilité 0,05 unité de pH.

**4.4 Spectrophotomètre.**

NOTE — La verrerie doit être soigneusement lavée au mélange sulfochromique, en prenant les précautions d'usage, abondamment rincée à l'eau et enfin à l'eau bidistillée. Ne sécher ni à l'étuve, ni à l'air comprimé.

**5 MODE OPÉRATOIRE**

**5.1 Prise d'essai et préparation de la solution d'essai**

Peser par différence, à 0,000 2 g près, une quantité de l'échantillon pour essai contenant au maximum 1,3 g environ de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>.

Placer la prise d'essai dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser. Transvaser immédiatement la solution dans un récipient sec, en matière exempte de silice, en filtrant, si nécessaire, sur un papier filtre sec.

**5.2 Essai à blanc**

Effectuer, parallèlement au dosage et suivant le même mode opératoire, un essai à blanc en utilisant les mêmes quantités de tous les réactifs que celles employées pour le dosage, mais en remplaçant le volume de solution d'essai par un même volume d'eau.

**5.3 Établissement de la courbe d'étalonnage**

**5.3.1 Essai préliminaire de contrôle et de correction du pH**

Prélever 10,0 ml de la solution étalon de silice (3.10) et les introduire dans l'un des bêchers (4.1). Ajouter, dans le bêcher, d'abord la quantité d'eau suffisante pour l'obtention d'un volume de 15 ml, et ensuite 5,0 ml de la solution de molybdate de sodium (3.3), 1 ml de la solution de fluorure de sodium (3.7) et 5 ml de la solution d'acide borique (3.8). Homogénéiser et contrôler la valeur du pH à l'aide du pH-mètre (4.3). Amener ensuite la valeur du pH à 1,0 ± 0,05 en ajoutant lentement au moyen d'une pipette graduée, ou d'une burette, goutte à goutte et en agitant après chaque ajout, la quantité nécessaire de la solution d'acide sulfurique (3.1) (normalement 4,5 ml environ).

Noter le volume de la solution d'acide sulfurique (3.1) utilisé pour la correction du pH et rejeter la solution.

**5.3.2 Préparation des solutions témoins** se rapportant à des mesurages photométriques effectués en cuves de 4 ou 5 cm de parcours optique.

Dans une série de six bêchers (4.1), introduire les volumes de la solution étalon de silice (3.10) indiqués dans le tableau suivant :

Solution étalon de silice (3.10)	Masse correspondante de SiO <sub>2</sub>
0*	0
2,0	4,0
4,0	8,0
6,0	12,0
8,0	16,0
10,0	20,0

\* Solution de compensation.

Ajouter, dans chaque bêcher, d'abord la quantité d'eau nécessaire pour l'obtention d'un volume de 15 ml, et ensuite le volume de la solution d'acide sulfurique (3.1) utilisé pour la correction du pH dans l'essai préliminaire de contrôle (5.3.1), et mélanger. Ajouter 1 ml de la solution de fluorure de sodium (3.7) et laisser reposer durant 5 min.

**5.3.3 Développement de la coloration**

Ajouter, dans chaque bêcher, 5 ml de la solution d'acide borique (3.8) et 5,0 ml de la solution de molybdate de sodium (3.3); mélanger et laisser reposer durant 10 min. Ajouter ensuite 5 ml de la solution d'acide oxalique (3.4) et 8 ml de la solution d'acide sulfurique (3.2), et laisser reposer durant 2 min. Ajouter alors 2 ml de la solution d'acide ascorbique (3.5) ou, en variante, 2 ml de la solution réductrice (3.6), et laisser reposer durant 10 min. Transvaser quantitativement les solutions dans une série de fioles jaugées (4.2) de 50 ml, compléter au volume et homogénéiser.

### 5.3.4 Mesures spectrophotométriques

Effectuer les mesurages spectrophotométriques à l'aide du spectrophotomètre (4.4) à une longueur d'onde correspondant au maximum d'absorption (aux environs de 795 nm), après avoir ajusté l'appareil au zéro d'absorbance par rapport à la solution de compensation.

NOTE — Étalonner rigoureusement les cuves employées pour les mesurages.

### 5.3.5 Tracé de la courbe d'étalonnage

Tracer un graphique en portant par exemple, sur l'axe des abscisses, les masses exprimées en microgrammes de silice ( $\text{SiO}_2$ ) contenues dans 50 ml de solution témoin et, sur l'axe des ordonnées, les valeurs correspondantes des absorbances.

## 5.4 Dosage

### 5.4.1 Traitement de la solution d'essai

Dans l'un des béchers (4.1), introduire un volume exactement mesuré de la solution d'essai (5.1) (au maximum 15 ml) ne contenant pas plus de 20 mg de  $\text{P}_2\text{O}_5$ , et dont la teneur en silice est comprise entre 0 et 20  $\mu\text{g}$ . Ajouter la quantité d'eau nécessaire pour l'obtention d'un volume de 15 ml, ensuite le volume de la solution d'acide sulfurique (3.1) utilisé pour la correction du pH dans l'essai préliminaire (5.3.1) et 1 ml de la solution de fluorure de sodium (3.7). Homogénéiser et laisser reposer durant 5 min.

### 5.4.2 Développement de la coloration

Procéder au développement de la coloration selon les modalités spécifiées en 5.3.3.

### 5.4.3 Mesures spectrophotométriques

Effectuer les mesurages spectrophotométriques selon les modalités spécifiées en 5.3.4 et à la même longueur d'onde, après avoir ajusté l'appareil au zéro d'absorbance par rapport à l'eau.

## 6 EXPRESSION DES RÉSULTATS

Au moyen de la courbe d'étalonnage (5.3.5), déterminer la masse de silice correspondant à la valeur des mesures spectrophotométriques de la partie aliquote de la solution d'essai prélevée pour le développement de la coloration et de la solution de l'essai à blanc.

La teneur en silice soluble, exprimée en milligrammes de silice ( $\text{SiO}_2$ ) par kilogramme, est donnée par la formule

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

où

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

$m_1$  est la masse, en microgrammes, de silice ( $\text{SiO}_2$ ) trouvée dans la partie aliquote de la solution d'essai prélevée pour le développement de la coloration;

$m_2$  est la masse, en microgrammes, de silice ( $\text{SiO}_2$ ) trouvée dans la solution de l'essai à blanc;

$D$  est le rapport entre le volume de la solution d'essai et le volume de la partie aliquote prélevée pour le développement de la coloration.

## 7 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 facultatives.

ANNEXE

**PUBLICATIONS ISO RELATIVES À L'ACIDE PHOSPHORIQUE À USAGE INDUSTRIEL**

ISO/R 847 – Dosage des sulfates – Méthode volumétrique.

ISO/R 848 – Dosage du calcium – Méthode volumétrique.

ISO/R 849 – Dosage du fer – Méthode spectrophotométrique au 2,2'-bipyridyle.

ISO 2997 – Dosage des sulfates – Méthode par réduction et titrimétrie.

ISO 3359 – Dosage de l'arsenic – Méthode photométrique au diéthylthiocarbamate d'argent.

ISO 3360 – Dosage du fluor – Méthode photométrique au complexone d'alizarine et chlorure de cérium.

ISO 3361 – Dosage de la silice soluble – Méthode spectrophotométrique au molybdosilicate réduit.

ISO 3706 – Dosage de l'oxyde de phosphore(V) total – Méthode gravimétrique au phosphomolybdate de quinoléine.

ISO 3707 – Dosage du calcium – Méthode par spectrophotométrie d'absorption atomique dans la flamme.

ISO 3708 – Dosage des chlorures – Méthode potentiométrique.

ISO 3709 – Dosage des oxydes d'azote – Méthode photométrique au xylénol-3,4.

ISO ... – Technique de l'échantillonnage.

**ITeH STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO 3361:1975](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/08789fc1-bf81-46ee-96d6-399af379326b/iso-3361-1975)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/08789fc1-bf81-46ee-96d6-399af379326b/iso-3361-1975>

Page blanche

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 3361:1975

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/08789fc1-bf81-46ee-96d6-399af379326b/iso-3361-1975>

Page blanche

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO 3361:1975](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/08789fc1-bf81-46ee-96d6-399af379326b/iso-3361-1975>