

---

# NORME INTERNATIONALE 3705

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

---

## Soufre à usage industriel — Dosage de l'arsenic — Méthode photométrique au diéthylthiocarbamate d'argent

*Sulphur for industrial use — Determination of arsenic content — Silver diethylthiocarbamate photometric method*

Première édition — 1976-09-01 [standards.iteh.ai](https://standards.iteh.ai)

[ISO 3705:1976](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/41645cfc-e7f1-4e9a-a036-55d508c6573d/iso-3705-1976)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/41645cfc-e7f1-4e9a-a036-55d508c6573d/iso-3705-1976>

---

CDU 661.21 : 546.19 : 543.42

Réf. n° : ISO 3705-1976 (F)

**Descripteurs** : soufre, analyse chimique, dosage, arsenic, méthode spectrophotométrique.

## AVANT-PROPOS

L'ISO (Organisation Internationale de Normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (Comités Membres ISO). L'élaboration des 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 3705 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 47, *Chimie*, et a été soumise aux Comités Membres en janvier 1975.

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

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

Afrique du Sud, Rép. d'	France
Allemagne	Inde
Autriche	Irlande
Belgique	Israël
Brésil	Pologne
Bulgarie	Portugal
Espagne	Roumanie

ISO 3705:1976

Royaume-Uni

Suisse

Turquie

U.R.S.S.

Yougoslavie

Aucun Comité Membre n'a désapprouvé le document.

# Soufre à usage industriel — Dosage de l'arsenic — Méthode photométrique au diéthylthiocarbamate d'argent

## 1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie une méthode photométrique au diéthylthiocarbamate d'argent pour le dosage de l'arsenic dans le soufre à usage industriel.

La méthode est applicable aux produits dont la teneur en arsenic est égale ou supérieure à 0,5 mg/kg.

## 2 RÉFÉRENCE

ISO 2590, *Méthode générale de dosage de l'arsenic — Méthode photométrique au diéthylthiocarbamate d'argent.*

## 3 PRINCIPE

Dissolution d'une prise d'essai dans du tétrachlorure de carbone. Oxydation par le brome et l'acide nitrique.

Poursuite du dosage selon la méthode spécifiée dans l'ISO 2590.

## 4 RÉACTIFS

Voir chapitre 4 de l'ISO 2590.

Remplacer toutefois le réactif 4.1 (acide chlorhydrique) par

**4.1 Acide sulfurique**, solution 15 N environ.

Ajouter, en outre, les réactifs suivants :

**4.9 Brome**, solution formée par 3 volumes de tétrachlorure de carbone et 2 volumes de brome.

**4.10 Acide nitrique**,  $\rho$  1,40 g/ml environ, solution à 68 % (m/m) environ.

## 5 APPAREILLAGE

Voir chapitre 5 de l'ISO 2590.

## 6 ÉCHANTILLONNAGE ET PRÉPARATION DE L'ÉCHANTILLON POUR ESSAI

Appliquer les modalités spécifiées dans la Norme Internationale appropriée.<sup>1)</sup>

Préparer un échantillon pour essai à partir de l'échantillon pour laboratoire, en séchant une quantité suffisante par séjour durant 2 h dans une étuve réglée à 80 °C environ. Après refroidissement en dessiccateur, broyer jusqu'à passage au tamis d'ouverture nominale 630  $\mu$ m.

## 7 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.

### 7.1 Prise d'essai et préparation de la solution d'essai

Peser, à 0,1 g près, 5 g environ de l'échantillon pour essai (chapitre 6) et les placer dans un bécher de capacité convenable (par exemple 400 ml).

En opérant sous une hotte bien ventilée, ajouter 20 ml de la solution de brome (4.9). Laisser reposer durant 45 min et ajouter ensuite, goutte à goutte et en agitant doucement, 25 ml de la solution d'acide nitrique (4.10). Refroidir, pendant cette opération, le bécher dans un mélange d'eau et de glace pour éviter un trop vif dégagement de vapeurs nitreuses. Si l'oxydation du soufre n'est pas complète, recommencer éventuellement l'opération avec quelques millilitres de la solution de brome (4.9) et de la solution d'acide nitrique (4.10).

Chauffer au bain d'eau bouillante pour éliminer l'excès de brome, de tétrachlorure de carbone et d'acide nitrique. Si la solution n'est pas claire, la laisser refroidir, ajouter un peu de la solution d'acide nitrique (4.10), faire évaporer jusqu'à cessation du dégagement de vapeurs nitreuses. Reprendre par un peu d'eau et faire évaporer de nouveau sur bain de sable jusqu'à dégagement de fumées blanches d'acide sulfurique. Recommencer cette opération et maintenir 10 min à fumées blanches, pour chasser les dernières traces de composés nitreux. Laisser refroidir.

Diluer à 80 ml environ avec de l'eau et laisser refroidir.

1) En cours d'étude.

**7.1.1 Teneurs en arsenic comprises entre 0,5 et 10 mg/kg**

Introduire quantitativement la solution d'essai (7.1) dans une fiole jaugée de 100 ml, compléter au volume et homogénéiser.

Prélever 40,0 ml de la solution et les introduire dans la fiole conique de l'appareil en verre pour le dosage de l'arsenic. Ajouter 2 ml de la solution d'acide sulfurique (4.1).

**7.1.2 Teneurs en arsenic comprises entre 10 et 100 mg/kg**

Introduire quantitativement la solution d'essai (7.1) dans une fiole jaugée de 500 ml, compléter au volume et homogénéiser.

Prélever 20,0 ml de la solution et les introduire dans la fiole conique de l'appareil en verre pour le dosage de l'arsenic. Ajouter 10 ml de la solution d'acide sulfurique (4.1) et la quantité d'eau nécessaire pour arriver au volume total de 40 ml environ.

**7.2 Essai à blanc**

Voir 6.2 de l'ISO 2590.

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

Voir 6.3 de l'ISO 2590; utiliser, comme prévu dans la note qui figure dans ce paragraphe, 10 ml de la solution d'acide sulfurique (4.1) au lieu de 10 ml de la solution d'acide chlorhydrique.

**7.4 Dosage**

Voir 6.4 de l'ISO 2590.

**8 EXPRESSION DES RÉSULTATS**

Au moyen de la courbe d'étalonnage (7.3), déterminer la masse d'arsenic correspondant à la valeur de la mesure photométrique obtenue lors du dosage.

La teneur en arsenic, exprimée en milligrammes de As par kilogramme, est donnée par la formule

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

où

$m_0$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai (7.1);

$m_1$  est la masse, en microgrammes, d'arsenic trouvée lors du dosage;

$D$  est le rapport entre le volume de la solution préparée selon 7.1.1 ou 7.1.2 et le volume de la partie aliquote prélevée pour le dosage.

**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 dans la Norme Internationale à laquelle il est fait référence, ou de toutes opérations facultatives.

**ANNEXE**

**PUBLICATIONS ISO RELATIVES AU SOUFRE À USAGE INDUSTRIEL**

ISO 2866 – Dosage du carbone total – Méthode titrimétrique.

ISO 3425 – Détermination des cendres à 850-900 °C et du résidu à 200 °C.

ISO 3426 – Détermination de la perte de masse à 80 °C.

ISO 3704 – Détermination de l'acidité – Méthode titrimétrique.

ISO 3705 – Dosage de l'arsenic – Méthode photométrique au diéthylthiocarbamate d'argent.

ISO 5793 – Dosage des chlorures – Méthode photométrique.