
NORME INTERNATIONALE 3708

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

Acide phosphorique à usage industriel (y compris les industries alimentaires) – Dosage des chlorures – Méthode potentiométrique

Phosphoric acid for industrial use (including foodstuffs) – Determination of chloride content – Potentiometric method

ITEH STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

Première édition – 1976-11-15

[ISO 3708:1976](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/abe4c53b-b7f4-4ebf-85a7-2b5f2361f5a4/iso-3708-1976>



CDU 661.634 : 546.132 : 543.257

Réf. n° : ISO 3708-1976 (F)

Descripteurs : acide phosphorique, industrie alimentaire, analyse chimique, dosage, chlorure, méthode potentiométrique.

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 3708 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 47, *Chimie*, et a été soumise aux Comités Membres en février 1975.

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

| | | |
|-------------------------|------------------|-------------|
| Afrique du Sud, Rép. d' | Hongrie | Roumanie |
| Allemagne | Inde | Royaume-Uni |
| Autriche | Israël | Suisse |
| Belgique | Italie | Turquie |
| Brésil | Nouvelle-Zélande | U.R.S.S. |
| Bulgarie | Pays-Bas | Yougoslavie |
| Espagne | Pologne | |
| France | Portugal | |

Aucun Comité Membre n'a désapprouvé le document.

Acide phosphorique à usage industriel (y compris les industries alimentaires) – Dosage des chlorures – Méthode potentiométrique

1 OBJET

La présente Norme Internationale spécifie une méthode potentiométrique de dosage des chlorures dans l'acide phosphorique à usage industriel (y compris les industries alimentaires).

2 DOMAINE D'APPLICATION

La méthode est applicable aux produits ayant une teneur en chlorures, exprimés en chlore (Cl), supérieure ou égale à 0,001 % (m/m).

NOTE – La limite inférieure d'applicabilité peut être abaissée en utilisant des solutions étalons de référence et des solutions titrées de concentration inférieure.

3 PRINCIPE

Titration potentiométrique des ions Cl^- avec une solution de nitrate d'argent, en milieu acide nitrique-acétone-eau, suivi à l'aide d'électrodes en argent (électrode de mesure) et au calomel (électrode de référence).

4 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.

4.1 Acétone.

4.2 Acide nitrique, ρ 1,40 g/ml environ, solution à 68 % (m/m) environ.

4.3 Nitrate d'argent, solution 0,1 N environ.

Dissoudre, dans une fiole jaugée de 500 ml, 8,5 g de nitrate d'argent, compléter au volume et homogénéiser.

Conserver la solution dans un flacon brun.

4.4 Nitrate d'argent, solution 0,01 N environ.

Prélever 50 ml de la solution de nitrate d'argent (4.3), les introduire dans une fiole jaugée de 500 ml, compléter au volume et homogénéiser.

Préparer cette solution au moment de l'emploi.

4.5 Chlorure de potassium, solution étalon de référence 0,1 N.

Peser, à 0,000 1 g près, 3,727 6 g de chlorure de potassium préalablement séché durant 1 h à 130 °C et refroidi en dessiccateur, les dissoudre dans un peu d'eau et transférer quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 500 ml. Compléter au volume et homogénéiser.

4.6 Chlorure de potassium, solution étalon de référence 0,01 N.

Prélever 50,0 ml de la solution étalon de référence de chlorure de potassium (4.5), les introduire dans une fiole jaugée de 500 ml, compléter au volume et homogénéiser.

4.7 Nitrate de potassium, solution saturée à la température ambiante.

5 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Appareillage pour potentiométrie, comprenant

5.1.1 Potentiomètre, sensibilité 2 mV (potentiel de - 500 à + 500 mV).

5.1.2 Électrode au calomel, munie d'un réservoir de sûreté, remplie de solution saturée de chlorure de potassium.

5.1.3 Pont, contenant de la solution de nitrate de potassium (4.7), relié à l'électrode au calomel (5.1.2).

5.1.4 Électrode en argent.

5.2 Agitateur magnétique, avec barreau enrobé de poly-tétrafluoroéthylène (PTFE).

5.3 Microburette, à pointe effilée, graduée en 0,01 ml.

6 MODE OPÉRATOIRE

6.1 Étalonnage de la solution de nitrate d'argent (4.4)

6.1.1 Titration

Prélever respectivement 5,00 et 10,00 ml de la solution

étalon de référence de chlorure de potassium (4.6), et les introduire dans deux béchers de forme basse, de capacité convenable (par exemple 400 ml). Ajouter, dans chaque bécher, 20 ml d'eau, 200 ml de l'acétone (4.1) et 2 ml de la solution d'acide nitrique (4.2). Exécuter sur chacun d'eux le titrage suivant.

Introduire, dans le bécher, le barreau de l'agitateur magnétique (5.2) et placer le bécher dans un récipient de capacité convenable (par exemple capsule de diamètre 20 cm) contenant de l'eau avec des morceaux de glace. Placer l'ensemble récipient-bécher sur l'agitateur magnétique (5.2) et mettre celui-ci en marche.

Plonger un thermomètre dans le bécher et contrôler la température qui doit être inférieure à 20 °C pendant le titrage, en ajoutant, si nécessaire, dans la capsule, de la glace broyée.

Plonger, dans la solution, l'électrode en argent (5.1.4) ainsi que l'extrémité libre du pont (5.1.3), brancher les électrodes au potentiomètre (5.1.1) et noter la valeur du potentiel de départ, après avoir vérifié le zéro de l'appareil.

Ajouter, à l'aide de la microburette (5.3), respectivement 4 et 9 ml de la solution de nitrate d'argent (4.4) et poursuivre par addition de fractions de 0,1 ml à la fois. Attendre, après chaque ajout, la stabilisation du potentiel.

Noter dans les deux premières colonnes d'un tableau les volumes ajoutés au fur et à mesure, ainsi que les valeurs correspondantes des potentiels.

Dans une troisième colonne, noter les incréments successifs du potentiel E ($\Delta_1 E$). Noter, dans une quatrième colonne ($\Delta_2 E$), la différence, positive ou négative, entre les incréments du potentiel ($\Delta_1 E$).

La fin du titrage correspond à l'addition de 0,1 ml (V_1) de la solution de nitrate d'argent (4.4) qui donne la valeur maximale de $\Delta_1 E$.

Pour calculer le volume exact (V_{EQ}) de la solution de nitrate d'argent (4.4) correspondant à la fin de la réaction, appliquer la formule

$$V_{EQ} = V_0 + V_1 \times \frac{b}{B}$$

où

V_0 est le volume, en millilitres, de la solution de nitrate d'argent (4.4) immédiatement inférieur au volume qui a donné l'incrément maximal de $\Delta_1 E$;

V_1 est le volume, en millilitres, de la solution de nitrate d'argent (4.4), correspondant à la dernière fraction ajoutée (0,1 ml);

b est la dernière valeur de $\Delta_2 E$ avec signe +;

B est la somme des valeurs absolues du dernier $\Delta_2 E$ avec signe + et du premier $\Delta_2 E$ avec signe (voir exemple dans l'annexe A).

6.1.2 Calcul du titre de la solution

Le titre, T , de la solution de nitrate d'argent (4.4), exprimé en normalité, est donné par la formule

$$T = T_0 \times \frac{5}{V_2 - V_3}$$

où

T_0 est le titre, exprimé en normalité, de la solution étalon de référence de chlorure de potassium (4.6);

V_2 est la valeur, en millilitres, de V_{EQ} , correspondant au titrage de 10 ml de la solution étalon de référence de chlorure de potassium (4.6);

V_3 est la valeur, en millilitres, de V_{EQ} , correspondant au titrage de 5 ml de la solution étalon de référence de chlorure de potassium (4.6);

5 est la différence, en millilitres, entre les deux volumes prélevés de la solution étalon de référence de chlorure de potassium (4.6).

6.1.3 Calcul de la valeur de l'essai à blanc

La valeur de l'essai à blanc des réactifs, V_4 , est donnée, en millilitres, par la formule

$$V_4 = 2V_3 - V_2$$

où V_2 et V_3 ont la même signification qu'en 6.1.2.

6.1.4 Titration automatique

Le mode opératoire est décrit pour une mise en œuvre manuelle, mais on peut évidemment l'appliquer en utilisant un dispositif de titrage automatique qui permet d'obtenir directement le tracé des courbes

$$E = f(V)$$

$$\frac{\Delta E}{\Delta V} = f(V)$$

et, pour certains types d'appareils,

$$\frac{\Delta^2 E}{\Delta V^2} = f(V)$$

6.2 Dosage

6.2.1 Prise d'essai

Dans un bécher de forme basse, de capacité convenable (par exemple 400 ml), peser, à 0,001 g près, une masse de l'échantillon pour essai en fonction de la teneur présumée en chlorures, comprise entre 1 et 30 g, et telle qu'elle ne contienne pas plus de 1 500 µg de chlore.

6.2.2 Titration

Diluer la prise d'essai (6.2.1) à 20 ml avec de l'eau, et ajouter 200 ml de l'acétone (4.1) et 2 ml de la solution d'acide nitrique (4.2).

Poursuivre selon les indications données en 6.1, à partir du deuxième alinéa.

7 EXPRESSION DES RÉSULTATS

La teneur en chlorures, exprimée en pourcentage en masse de chlore (Cl), est donnée par la formule

$$(V_5 - V_4) \times T \times 0,035\,45 \times \frac{100}{m} = \frac{3,545\,T(V_5 - V_4)}{m}$$

où

T est le titre, exprimé en normalité, de la solution de nitrate d'argent, déterminé selon 6.1.2;

V_4 est la valeur, en millilitres, de l'essai à blanc (6.1.3);

V_5 est la valeur de V_{EQ} , en millilitres, correspondant au dosage (6.2.2);

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai (6.2.1);

0,035 45 est la masse, en grammes, de chlore correspondant à 1 ml de solution de nitrate d'argent 1 N exactement.

8 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 de toutes opérations facultatives.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3708:1976

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/abe4c53b-b7f4-4ebf-85a7-2b5f2361f5a4/iso-3708-1976>

ANNEXE A

EXEMPLE

| Volume de la solution de nitrate d'argent (4.4) V | Potentiel E | $\Delta_1 E$ | $\Delta_2 E$ |
|---|------------------|--------------|--------------|
| ml | mV | | |
| 0,80 | 176 | | |
| 0,90 | 211 | 35 | + 37 |
| 1,00 | 283 | 72 | - 49 |
| 1,10 | 306 | 23 | |
| 1,20 | 319 | 13 | - 10 |

$$V_{EQ} = 0,9 + 0,1 \times \frac{37}{37 + 49} = 0,943$$

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ANNEXE B 8:1976

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/abe4c53b-b7f4-4ebf-85a7-255230f30425/iso-3708-1976>

PUBLICATIONS ISO RELATIVES À L'ACIDE PHOSPHORIQUE À USAGE INDUSTRIEL

- ISO 847 – Dosage des sulfates – Méthode titrimétrique.
- ISO 848 – Dosage du calcium – Méthode titrimétrique.
- ISO 849 – Dosage du fer – Méthode photométrique au bipyridyle-2,2'.
- 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 complexe d'alizarine et nitrate de lanthane.*
- 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 absorption atomique dans la flamme.*
- ISO 3708 – Dosage des chlorures – Méthode potentiométrique.*
- ISO 3709 – Dosage des oxydes d'azote – Méthode spectrophotométrique au xylénol-3,4.*
- ISO 4285 – Technique de l'échantillonnage.

* Applicable également à l'acide phosphorique pour les industries alimentaires.

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3708:1976

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/abe4c53b-b7f4-4ebf-85a7-2b5f2361f5a4/iso-3708-1976>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3708:1976

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/abe4c53b-b7f4-4ebf-85a7-2b5f2361f5a4/iso-3708-1976>