
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

Première édition — 1974-11-01

Sample Document

get full document from standards.iteh.ai

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. Titrage 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 bécher 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.