
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 diéthylldithiocarbamate d'argent

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

Première édition — 1976-09-01

Sample Document

get full document from standards.iteh.ai

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.

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

Afrique du Sud, Rép. d'	France	Royaume-Uni
Allemagne	Inde	Suisse
Autriche	Irlande	Turquie
Belgique	Israël	U.R.S.S.
Brésil	Pologne	Yougoslavie
Bulgarie	Portugal	
Espagne	Roumanie	

Aucun Comité Membre n'a désapprouvé le document.

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

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie une méthode photométrique au diéthylldithiocarbamate 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 diéthylldithiocarbamate 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, ρ 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.¹⁾

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 μ 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.