

NORME FRANÇAISE
HOMOLOGUÉE

PRODUITS CHIMIQUES
**MÉTHODE GÉNÉRALE DE DOSAGE
DE L'ARSENIC**
Méthode photométrique au
diéthylthiocarbamate d'argent

NF
T 20-054

Juin 1979

AVANT-PROPOS

À sa date d'homologation, la présente norme reproduit la norme internationale ISO 2590.

1 OBJET

La présente norme spécifie une méthode générale de dosage photométrique de l'arsenic, au diéthylthiocarbamate d'argent dans les produits chimiques à usage industriel.

2 DOMAINE D'APPLICATION

La méthode est applicable au dosage de quantités d'arsenic, (As), contenues dans la totalité de la solution d'essai — ou dans la partie aliquote prélevée pour le dosage — comprises entre 1 et 20 µg.

Il peut être nécessaire, en fonction du produit analysé, d'apporter certaines modifications ou compléments à la méthode : ces modifications ou compléments, ainsi que les traitements préliminaires éventuels que devra subir le produit analysé, seront précisés dans la norme particulière relative au produit considéré.

3 PRINCIPE

Réduction de l'arsenic par le zinc en milieu acide chlorhydrique, avec formation d'arsine.

Absorption de l'arsine par une solution de diéthylthiocarbamate d'argent dans la pyridine.

Mesurage photométrique de la coloration rouge-violet produite par l'argent colloïdal dispersé, au maximum de la courbe d'absorption (longueur d'onde aux environs de 540 nm).

NOTE : La réaction de formation de l'argent colloïdal est la suivante :



Homologuée au J.O.
du 1979-05-18
pour prendre effet
le 1979-06-01

La présente norme remplace la norme de même indice
homologuée par arrêté du 24 mai 1969.

© AFNOR 1979
Droits de reproduction
et de traduction réservés
pour tous pays

4 RÉACTIFS

Tous les réactifs, et le zinc en particulier, doivent être exempts d'arsenic, ou à teneur très faible en arsenic.

Au cours de l'analyse, n'utiliser que de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

4.1 Acide chlorhydrique, ρ 1,19 g/ml environ, solution à 38 % (*m/m*) ou 12 N environ.

4.2 Diéthylthiocarbamate d'argent [Ag(DDTC)] solution pyridinique à 5 g/l.

Dissoudre 1 g de diéthylthiocarbamate d'argent dans de la pyridine (ρ 0,980 g/ml environ) et compléter le volume à 200 ml avec la même pyridine.

Conserver la solution dans un flacon en verre sombre à fermeture étanche, à l'abri de la lumière.

Cette solution est stable durant environ 2 semaines.

4.3 Arsenic, solution étalon à 0,100 g/l.

Peser, à 0,000 1 g près, 0,132 0 g de trioxyde d'arsenic (As_2O_3) et les transférer dans un bécher de capacité convenable (100 ml, par exemple). Dissoudre le trioxyde d'arsenic dans environ 2 ml de solution d'hydroxyde de sodium à 50 g/l. Transférer quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Laver le bécher à plusieurs reprises, en recevant les eaux de lavage dans la fiole jaugée, compléter ensuite au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 100 μg de As.

4.4 Arsenic, solution étalon à 2,50 mg/l.

Prélever 25,0 ml de la solution étalon d'arsenic (4.3), les transférer dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser. Préparer cette solution au moment de l'emploi.

1 ml de cette solution étalon contient 2,5 μg de As.

4.5 Coton hydrophile à l'acétate de plomb.

Dissoudre 50 g d'acétate de plomb trihydraté [$\text{Pb}(\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$] dans 250 ml d'eau. Saturer le coton hydrophile avec cette solution, éliminer l'excès de la solution en laissant égoutter et sécher sous vide à température ambiante.

Conserver ce coton en récipient étanche.

4.6 Iodure de potassium, solution à 150 g/l.

Dissoudre 15 g d'iodure de potassium dans de l'eau, compléter le volume à 100 ml et homogénéiser.

4.7 Chlorure d'étain (II), solution chlorhydrique.

Dissoudre 40 g de chlorure d'étain (II) bihydraté ($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) dans un mélange de 25 ml d'eau et 75 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.1).

4.8 Zinc granulaire, dimensions de 0,5 à 1 mm, ou toute autre forme de zinc, à condition que l'expérience ait montré qu'elle donne des résultats équivalents dans les conditions d'essai prescrites (voir annexe).

5 APPAREILLAGE

Tous les récipients en verre utilisés pour le dosage de l'arsine doivent être préalablement lavés à l'aide d'acide sulfurique concentré, chaud — en prenant les précautions d'usage — rincés abondamment à l'eau, et enfin bien séchés.

Matériel courant de laboratoire, et

- 5.1 Appareil en verre**, à joints rodés, permettant le dégagement et l'absorption totale de l'arsenic.
Un appareil convenable est décrit à la figure et est constitué par :
- 5.1.1 Fiole conique** de 100 ml pour le dégagement de l'arsine.
- 5.1.2 Tube de dégagement**, pour recueillir le sulfure d'hydrogène.
- 5.1.3 Absorbent à 15 boules.**
- 5.2 Spectrophotomètre**, ou
- 5.3 Photocolorimètre**, muni de filtres présentant un maximum de transmission entre 520 et 560 nm.

6 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.

6.1 PRISE D'ESSAI ET PRÉPARATION DE LA SOLUTION D'ESSAI

Peser la quantité de l'échantillon pour essai indiquée dans la norme particulière relative au produit considéré et la traiter d'une manière appropriée afin d'amener la solution d'essai aux conditions indiquées ci-dessous.

En général la préparation de la solution d'essai doit conduire à une solution dont le volume total — ou le volume de la partie aliquote prélevée pour le dosage — est de 40 ml, contenant de 1 à 20 μg de As et 10 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.1). L'acidité qui en résulte est d'environ 3 N avant l'ajout de la solution d'iodure de potassium. Cette solution doit être absolument exempte d'ions nitriques ; par ailleurs, un certain nombre d'éléments (cobalt, mercure, argent, cuivre, molybdène, palladium, etc.) diminuent le rendement de la récupération de l'arsine, et le mode opératoire doit, si besoin est, préciser comment tenir compte de leur présence.

NOTE : Dans le cas où le milieu de la solution d'essai est nécessairement sulfurique, l'acidité des 40 ml de la solution d'essai doit être d'environ 3,8 à 4 N (contenant 10 ml d'une solution d'acide sulfurique 15 N environ).

6.2 ESSAI À BLANC

Préparer, parallèlement au dosage, un essai à blanc, en suivant le même mode opératoire et en utilisant les mêmes quantités de tous les réactifs que celles utilisées pour le dosage.

6.3 ÉTABLISSEMENT DE LA COURBE D'ÉTALONNAGE

La courbe d'étalonnage doit être établie chaque fois qu'on met en œuvre un nouveau flacon de zinc et chaque fois qu'on prépare une nouvelle solution de diéthylthiocarbamate d'argent.