

NORME FRANÇAISE  
HOMOLOGUÉE

ACIDE PHOSPHORIQUE À USAGE INDUSTRIEL  
DOSAGE DES SULFATES SOLUBLES  
À TENEUR ÉLEVÉE  
Méthode titrimétrique après réduction

**NF**  
**T 20-469**  
Juillet 1984  
**ISO 7058**

éditée par l'association française de normalisation (afnor) — tour europe cedex 7 92080 paris la défense — tél. (1) 778-13-26

### AVANT-PROPOS

*À sa date d'homologation la présente norme reproduit la norme ISO 7058 éditée en 1983 par l'Organisation internationale de normalisation (ISO).*

*Les documents mentionnés au chapitre 2 « Références » font respectivement l'objet des normes françaises NF T 20-470 et NF T 20-059.*

Homologuée par décision  
du 1984-06-20  
effet le 1984-07-20

© afnor 1984  
Droits de reproduction  
et de traduction réservés  
pour tous pays

## 1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode titrimétrique, après réduction, pour le dosage des sulfates solubles dans l'acide phosphorique technique à usage industriel, par exemple l'acide obtenu par voie humide.

La méthode est applicable aux produits dont la teneur en sulfate, exprimé en  $\text{SO}_4^{2-}$ , est comprise entre 0,2 et 6 % (m/m).

NOTE — Tous les sulfures, et tous les composés qui seront réduits en sulfure par la méthode de réduction, seront inclus dans le résultat.

## 2 Références

ISO 4285, *Acide phosphorique à usage industriel — Guide technique pour l'échantillonnage.*

ISO 6228, *Produits chimiques à usage industriel — Méthode générale de dosage, à l'état de sulfate, de traces de composés soufrés, par réduction et titrimétrie.*

## 3 Principe

Réduction du sulfate présent dans une prise d'essai en sulfure par un mélange formé d'acide iodhydrique et d'acide phosphinique (hypophosphoreux). Absorption du sulfure d'hydrogène dégagé dans un excès d'une solution d'acétate de cadmium. Oxydation du sulfure de cadmium formé par un excès d'une solution titrée d'iodate/iodure de potassium et titrage de l'excès d'iode par une solution titrée de thiosulfate de sodium, en présence d'empois d'amidon comme indicateur.

## 4 Réactifs

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

**4.1 Azote**, exempt d'oxygène, contenu dans une bouteille munie d'un détendeur.

**4.2 Acide chlorhydrique**,  $c(\text{HCl}) \approx 4 \text{ mol/l}$ .

**4.3 Acide iodhydrique-acide phosphinique** ( $\text{HI} + \text{H}_3\text{PO}_2$ ), solution réductrice.

Voir ISO 6228, réactif 4.4.

**4.4 Acétate de cadmium**, solution ammoniacale.

Peser, à 0,01 g près, 16,4 g d'acétate de cadmium dihydraté [ $\text{Cd}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ], les introduire dans une fiole jaugée de 1 000 ml et dissoudre dans 100 à 200 ml d'eau. Ajouter 600 ml d'une solution d'ammoniaque,  $\rho$  0,88 g/ml environ, compléter au volume et homogénéiser.

**4.5 Iodate/iodure de potassium**, solution titrée,  $c(1/6 \text{ KIO}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$ .

Peser, à 0,000 1 g près, 3,567 g d'iodate de potassium, préalablement séché à 120 °C et refroidi en dessiccateur, et les introduire dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Ajouter 40 g environ d'iodure de potassium exempt d'iodate et 5 ml d'une solution d'hydroxyde de sodium à 40 g/l. Dissoudre dans de l'eau, compléter au volume et homogénéiser.

**4.6 Thiosulfate de sodium**, solution titrée,  $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,1 \text{ mol/l}$ .

### 4.6.1 Préparation

Dissoudre 25 g de thiosulfate de sodium pentahydraté ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ) dans de l'eau. Transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 1 000 ml, ajouter 1 ml de chloroforme, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

### 4.6.2 Étalonnage

Ajouter, à 100 ml d'eau contenus dans une fiole conique de 250 ml munie d'un bouchon rodé, 10,0 ml de la solution titrée d'iodate/iodure de potassium (4.5) et 40 ml de l'acide chlorhydrique (4.2).

Boucher la fiole immédiatement et homogénéiser la solution. Titrer avec la solution de thiosulfate de sodium (4.6.1), en utilisant la burette (5.1), jusqu'à l'apparition d'une coloration jaune paille.

Ajouter 1 ml environ de la solution d'empois d'amidon (4.7) et poursuivre le titrage jusqu'à disparition de la coloration bleue.

### 4.6.3 Calcul de la concentration

La concentration  $c$ , exprimée en moles par litre, de la solution de thiosulfate de sodium est donnée par la formule

$$\frac{0,1 \times 10}{V} = \frac{1}{V}$$