

AVANT-PROPOS

La méthode décrite dans la présente norme est identique à celle qui fait l'objet de la Norme Internationale ISO 2998 (actuellement au stade de Projet).

1. OBJET

La présente norme spécifie une méthode photométrique au complexe phosphomolybdique réduit pour le dosage de l'orthophosphate dans le tripolyphosphate et le pyrophosphate de sodium à usage industriel. La méthode est applicable au dosage des produits ayant une teneur en orthophosphate, exprimée en P_2O_5 , comprise entre 0,05 et 1,0 % (m/m).

2. PRINCIPE

Séparation de l'orthophosphate sous forme de phosphomolybdate d'ammonium et absorption immédiate de ce dernier dans un mélange de méthyl-2 propanol-1 et toluène, afin de supprimer l'erreur possible due à l'hydrolyse des phosphates autres que l'orthophosphate.

Réduction successive en milieu éthanolique sulfurique du phosphomolybdate contenu dans un mélange solvant organique par une solution de chlorure d'étain (II) et mesurage photométrique de la coloration bleue du complexe à une longueur d'onde aux environs de 630 nm.

3. RÉACTIFS

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

3.1 Acide sulfurique, solution éthanolique 0,7 N environ.

Ajouter, avec précaution, 20 ml d'acide sulfurique concentré, $\rho_{20} = 1,84$ g/ml, solution à environ 96 % (m/m), à environ 980 ml d'éthanol à 99,5 % (V/V).

Conserver cette solution en flacon sombre, bouché.

3.2 Acide sulfurique, solution 10 N environ.

3.3 Molybdate d'ammonium, solution à 50 g/l.

Dissoudre 50 g de molybdate d'ammonium tétrahydraté $[(NH_4)_6Mo_7O_{24} \cdot 4H_2O]$ dans 400 ml de la solution d'acide sulfurique (3.2) et compléter le volume à 1000 ml avec de l'eau.

3.4 Chlorure d'étain (II), solution glycéroéthanolique à 2 g/l. Dissoudre 0,2 g de chlorure d'étain (II) bihydraté ($SnCl_2 \cdot 2H_2O$) dans 100 ml d'un mélange à parties égales en volume de glycérol et d'éthanol à 99,5 % (V/V).

Cette solution ne doit pas être conservée plus d'une semaine.

NF T 20-487

3.5 Mélange solvant.

Mélanger des parties égales en volume de méthyl-2 propanol-1 (isobutanol) et de toluène.

3.6 Pentoxyde de phosphore, solution étalon contenant 1,00 g de P_2O_5 par litre.

Peser, à 0,001 g près, 1,917 g de dihydrogénophosphate de potassium (KH_2PO_4) préalablement séché à 110 °C et refroidi en dessiccateur. Dissoudre avec de l'eau, transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 1,00 mg de P_2O_5 .

3.7 Pentoxyde de phosphore, solution étalon contenant 10 mg de P_2O_5 par litre.

Prélever 10,0 ml de la solution étalon de pentoxyde de phosphore (3.6), les introduire dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 0,010 mg de P_2O_5 .

4. APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et

4.1 Spectrophotomètre ou

4.2 Électrophotomètre.

5. MODE OPÉRATOIRE

5.1 PRISE D'ESSAI

Peser, à 0,0001 g près, 0,500 g de l'échantillon pour essai.

5.2 ESSAI A BLANC

Effectuer, parallèlement au dosage, un essai à blanc avec les mêmes quantités de réactifs que celles employées pour le dosage.

5.3 PRÉPARATION DE LA SOLUTION D'ESSAI

Placer la prise d'essai (5.1) dans une fiole jaugée de 500 ml, dissoudre dans de l'eau, compléter au volume et homogénéiser.