

Tripolyphosphate et pyrophosphate de sodium à usage industriel

Séparation par chromatographie sur colonne et dosage des différentes formes de phosphates

E : Sodium tripolyphosphate and pyrophosphate for industrial use — Separation by column chromatography and determination of the different phosphate forms

D : Natriumtripolyphosphat und pyrophosphat für technische Zwecke — Trennung durch Säulenchromatographie und Bestimmung der verschiedenen Phosphatformen

Norme française homologuée par décision du Directeur Général de l'afnor le 20 mai 1985 pour prendre effet le 20 juin 1985.

Remplace la norme homologuée de même indice de décembre 1973.

correspondance

La présente norme reproduit la norme internationale ISO 3358 éditée en mai 1979 et qui a été confirmée.

analyse

Cette norme homologuée fait partie d'une série de normes relatives aux méthodes d'analyse et d'essai des tripolyphosphates et pyrophosphates de sodium à usage industriel.

Elle permet de déterminer sélectivement leurs teneurs en orthophosphates, en pyrophosphates, en tripolyphosphates, et en phosphates polycondensés après séparation par chromatographie sur colonne.

descripteurs

Thesaurus International Technique : tripolyphosphate de sodium, pyrophosphate de sodium, produit industriel, analyse chimique, dosage, phosphate, oxyde de phosphore, méthode chromatographique sur colonne.

modifications

Par rapport à la norme homologuée de même indice de décembre 1973, fondée sur un projet ayant abouti à l'ISO 3358 de 1976, suppression en particulier de l'élution avec la solution de chlorure de potassium à 55,5 g/l, description de deux appareillages supplémentaires et correction du diagramme type de l'élution.

corrections

**Séparation par chromatographie sur
colonne et dosage des différentes formes
de phosphates**

AVANT-PROPOS

La présente norme reproduit la norme internationale ISO 3358 éditée en 1979.

Les documents mentionnés au chapitre 3 « Références » font l'objet respectivement des normes françaises : NF T 20-487 et NF T 20-486.

1 OBJET

La présente Norme internationale spécifie une méthode de séparation et de dosage des différentes formes de phosphates dans le triopolyphosphate (triphosphate de pentasodium) et le pyrophosphate de sodium (diphosphate de tétrasodium) à usage industriel.

2 DOMAINE D'APPLICATION

Le mode opératoire décrit permet, en l'absence de tétraméta- et de pentamétaphosphates, les dosages sélectifs de l'orthophosphate (Na_2HPO_4), du pyrophosphate ($\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$), du triopolyphosphate ($\text{Na}_5\text{P}_3\text{O}_{10}$), ainsi qu'une évaluation de la teneur totale en phosphates de condensation plus élevée.

NOTES

1 En pratique, les tétraméta- et les pentamétaphosphates ne sont pas présents dans les triopolyphosphates et les pyrophosphates commerciaux.

2 La méthode permet de séparer l'orthophosphate; mais son dosage, lorsque sa teneur est inférieure à 0,1 % (m/m), doit être effectué selon la méthode spécifiée dans l'ISO 2998.

3 RÉFÉRENCES

ISO 2998, *Triopolyphosphate et pyrophosphate de sodium à usage industriel – Dosage de l'orthophosphate – Méthode photométrique au molybdophosphate réduit.*

ISO 3357, *Triopolyphosphate et pyrophosphate de sodium à usage industriel – Dosage de l'oxyde de phosphore(V) total – Méthode gravimétrique au phosphomolybdate de quinoléine.*

4 PRINCIPE

Absorption des anions phosphates sur une résine échangeuse d'anions. Éluion à l'aide de solutions de chlorure de potassium de concentrations croissantes. Dosage du P_2O_5 dans les différents volumes d'éluat recueillis.

5 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, exempte de SiO_2 .

5.1 Résine échangeuse d'ions, de type anionique fortement basique, sous forme de chlorure, et de granulométrie comprise entre 0,07 et 0,16 mm.

NOTE – La résine Biorad AG 1 X8 et la résine Dowex 1 X8, purifiées et classées, répondent à ces conditions et ont donné des résultats satisfaisants.

5.2 Acide chlorhydrique, solution à 73 g/l environ.

5.3 Solution tampon, pH 4,3.

Dissoudre, dans de l'eau, 51 g d'acétate de sodium trihydraté ($\text{CH}_3\text{COONa}\cdot 3\text{H}_2\text{O}$) et 46 ml d'acide acétique cristallisable, ρ 1,05 g/ml environ. Ajouter quelques milligrammes d'acétate de phényl-mercure(II) ($\text{C}_6\text{H}_5\text{HgOCOCH}_3$) et compléter le volume à 1 000 ml.

5.4 Chlorure de potassium, solution à 18,5 g/l environ.

5.5 Chlorure de potassium, solution à 37 g/l environ.

Préparer les solutions 5.4 et 5.5 en ajoutant, dans chacune d'elles, 10 ml de la solution tampon (5.3) et quelques milligrammes d'acétate de phényl-mercure(II) par litre de solution.

6 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et

6.1 Colonne d'échange, constituée par un tube de verre, de longueur 300 mm et de diamètre intérieur 12 mm. La partie supérieure du tube est munie d'un rodage permettant le montage d'un entonnoir cylindrique gradué, de capacité 100 ml, à robinet (voir figure 1). La partie inférieure du tube est prolongée par un tube d'écoulement en verre, de longueur 90 mm environ et de diamètre 8 mm environ, muni en son milieu d'un robinet et dont l'extrémité est étirée en pointe. Le fond de la colonne d'échange est garni de laine de silice sur une hauteur de 10 mm environ ou, de préférence, d'un disque en verre fritté de porosité P 100 (diamètre des pores compris entre 40 et 100 μm).

NOTE – L'introduction des solutions dans la colonne peut s'effectuer aussi en utilisant un appareillage à siphon schématisé à la figure 2 ou un appareillage à aspiration schématisé à la figure 3.

7 MODE OPÉRATOIRE

7.1 Préparation de la colonne d'échange

Laver 20 g environ de la résine (5.1) avec un jet d'eau sur un tamis de 63 μm (voir ISO 565), afin d'éliminer les parties fines. Transférer le résidu sur un filtre en verre fritté de porosité P 40 (diamètre des pores compris entre 16 et 40 μm) et éliminer la plus grande partie de l'eau par aspiration. Après cette opération préliminaire, laisser la résine séjourner, durant 12 h environ, dans 100 ml de la solution d'acide chlorhydrique (5.2); 18 g de résine sont nécessaires.

Introduire ensuite la résine dans la colonne d'échange (6.1) – 18 g occupent une hauteur de 240 mm environ – et la laver à l'eau jusqu'à ce que le pH de l'eau après passage soit de 4,5 à 5.

Veiller à ce que, au cours de l'analyse, quelques millimètres de liquide demeurent toujours au-dessus de la surface de la résine.

7.2 Prise d'essai et préparation de la solution d'essai

Introduire 0,500 g, pesés à 0,000 1 g près, de l'échantillon pour essai dans une fiole jaugée de 250 ml. Dissoudre avec de l'eau, ajouter 5 ml de la solution tampon (5.3), compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser. Filtrer la solution si elle est trouble.

7.3 Essai préliminaire

7.3.1 Considérations générales

Les conditions dans lesquelles doit être effectuée l'élution des phosphates dépendent de la granulométrie de la résine échangeuse. La séparation, en outre, peut être influencée par la présence de sels étrangers dans le produit examiné. C'est pourquoi il convient de déterminer, par un essai préliminaire effectué sur la solution d'essai (7.2), quelles doivent être les conditions suivant lesquelles sera effectuée la séparation chromatographique. Cet essai permet, en outre, de s'assurer que le produit examiné est «normal» et peut être analysé suivant le mode opératoire spécifié dans la présente Norme internationale.

7.3.2 Détermination des conditions de l'élution

Introduire 10,0 ml de la solution d'essai (7.2), préparée immédiatement auparavant, dans la partie supérieure de la colonne, au-dessus de la résine échangeuse. Appliquer une légère pression d'air, contrôlée à l'aide du régulateur de pression, et ouvrir le robinet pour que la solution pénètre dans la résine, le fermer avant qu'elle ne se soit complètement écoulée, de manière qu'il reste quelques millimètres de solution au-dessus de la résine.

Laver soigneusement les parois internes de la colonne au-dessus de la surface de résine avec 5 ml environ d'eau et ouvrir de nouveau le robinet pour permettre aux eaux de lavage de pénétrer dans la résine.

Fermer le robinet avant que tout le liquide ait pénétré dans la résine. Faire passer dans la colonne, par l'intermédiaire de l'entonnoir cylindrique gradué, 110 ml environ de la solution de chlorure de potassium (5.4). Conserver une vitesse de passage constante de l'ordre de 2,5 à 3 ml/min (obtenue par pression, contrôlée à l'aide du régulateur de pression) et recueillir l'éluat par fractions de 5 ml.

Déterminer la teneur en P_2O_5 de chaque fraction (voir 7.6 et annexe A) pour vérifier dans quelles fractions passent respectivement l'ortho- et le pyrophosphate, élués dans cet ordre.

Opérer ensuite de la même façon en faisant passer 80 ml environ de la solution de chlorure de potassium (5.5) à travers la colonne pour éluer le tripolyphosphate.

Tracer un diagramme (voir un diagramme type à la figure 4) en portant, en abscisses, les fractions successives de 5 ml d'éluat et, en ordonnées, les quantités correspondantes de P_2O_5 .

Déterminer, sur ce diagramme, les volumes minimaux des solutions de chlorure de potassium qui devront être utilisés pour effectuer la séparation.

7.4 Régénération de la colonne

À la fin de l'essai préliminaire, veiller à ce que quelques millimètres de solution de chlorure de potassium demeurent au-dessus de la résine, puis faire passer 200 ml environ de la solution d'acide chlorhydrique (5.2) et laisser la colonne sous acide durant 12 h environ. Laver la colonne en faisant passer d'abord 50 ml environ de la solution d'acide chlorhydrique (5.2) et ensuite 50 ml environ d'eau. Ajouter encore de l'eau jusqu'à remplissage complet de la colonne; la boucher et la renverser pour suspendre la résine dans l'eau. Reporter la colonne dans sa position normale, laisser sédimenter la résine et faire passer de l'eau à travers la résine, jusqu'à ce que le pH de l'eau de lavage effluente soit compris entre 4,5 et 5.

7.5 Exécution de la séparation

Procéder comme en 7.3.2, en utilisant 10,0 ml de la solution d'essai (7.2) préparée immédiatement auparavant, et en employant les volumes des différentes solutions de chlorure de potassium déterminés en 7.3.2. Recueillir séparément, mais en une seule fois, les trois volumes d'éluat correspondant aux trois formes de phosphate (ortho-pyro- et tripolyphosphate). À la fin du passage de chacun des trois volumes d'éluat et avant le recueil du volume suivant, recueillir deux ou trois fractions d'éluat de 5 ml chacune qui serviront à vérifier la bonne marche de la séparation. (Les fractions intermédiaires ne doivent contenir que des quantités négligeables de P_2O_5 . Dans le cas contraire, répéter l'essai.) Après le passage du dernier volume d'éluat, régénérer la colonne en suivant les indications de 7.4 et en recueillant l'éluat correspondant aux 200 ml de la solution d'acide chlorhydrique (5.2) qui contient toutes formes de phosphates plus condensés éventuellement présentes.