

AVANT-PROPOS

La méthode décrite dans la présente norme est identique à celle qui fait l'objet de la Norme Internationale ISO 3000 (actuellement au stade de Projet).

1. OBJET

La présente norme spécifie une méthode gravimétrique au chlorure de cobalt-triéthylènediamine d'évaluation de la teneur en tripolyphosphates du tripolyphosphate de sodium à usage industriel.

2. DOMAINE D'APPLICATION

La méthode n'est pas applicable en présence de métaphosphate et polyphosphate d'un degré de condensation supérieur à P³. Par contre, la présence de pyrophosphate aux teneurs habituelles dans les produits commerciaux (< 6 %) ne gêne pas.

3. PRINCIPE

Précipitation du tripolyphosphate au moyen de chlorure de cobalt-triéthylènediamine, à un pH compris entre 3 et 4.

Filtration, lavage, séchage et pesée du précipité.

4. RÉACTIFS

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

4.1 Acide chlorhydrique, solution 0,5 N environ.

4.2 Solution tampon acétique.

Préparer une solution contenant 110,4 g ± 0,5 g d'acide acétique cristallisable $\rho_{20} = 1,05$ g/ml, solution 17,4 N environ, et 12,3 g ± 0,1 g d'acétate de sodium trihydraté.

Le pH de la solution doit être 3,6 ± 0,1. S'il s'en éloigne, le corriger par ajout de l'un ou l'autre des réactifs.

4.3 Chlorure de cobalt-triéthylènediamine $[\text{Co}(\text{NH}_2\text{—CH}_2\text{—CH}_2\text{—NH}_2)_3\text{Cl}_3]$ solution à 40 g/l.

4.3.1 Préparation du sel.

Peser 260 g ± 0,5 g d'éthylènediamine monohydratée ($\text{NH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$), les introduire dans un bécher de 1 000 ml, les dissoudre avec de l'eau et les neutraliser partiellement en ajoutant une solution composée de 535 ml d'eau et 85 ml d'une solution d'acide chlorhydrique $\rho_{20} = 1,19$ g/ml [solution à 38 % (m/m) environ].

On obtient ainsi la solution A.

Préparer, dans une fiole conique de 2 000 ml, une solution formée de 750 ml d'eau et de 250 g ± 0,5 g de chlorure de cobalt hexahydraté ($\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$).

On obtient ainsi la solution B.

Verser la solution A dans la solution B, en agitant énergiquement.

Oxyder le cobalt en faisant passer de l'air dans un tube plongeant dans la solution et fermé par une plaque poreuse dont le diamètre des pores est compris entre 40 et 90 μm . Poursuivre l'oxydation pendant 8 h.

Verser la solution dans un bécher de 2 000 ml et faire évaporer au bain de vapeur, en faisant passer un courant d'air au-dessus de la surface du liquide. Arrêter l'évaporation lorsqu'une croûte se forme à la surface du liquide. Refroidir la solution. Ajouter 150 ml d'acide chlorhydrique $\rho_{20} = 1,19$ g/ml [solution à 38 % (m/m) environ], agiter mécaniquement et chauffer pour solubiliser complètement. Tout en continuant à agiter, relarguer le produit en ajoutant, très lentement, 300 ml d'éthanol à 95 % (V/V). Cet ajout d'éthanol doit durer 1 h environ.

Refroidir la solution et filtrer sur une plaque poreuse. Laver les cristaux quatre fois avec de l'éthanol à 95 % (V/V). Purifier le produit en dissolvant les cristaux dans un bécher de 1 000 ml, avec 200 ml d'eau. Agiter mécaniquement et chauffer pour faciliter la dissolution.

Filtrer la solution chaude sur un entonnoir de Büchner de 55 mm de diamètre environ, garni de papier filtre de texture serrée, et recueillir le filtrat dans une fiole à filtration de 1000 ml. Laver le bécher et l'entonnoir de Büchner avec 100 ml environ d'eau bouillante. Transvaser le filtrat dans le même bécher, agiter et chauffer sur bain d'eau bouillante pendant 30 mn.

En poursuivant l'agitation, ajouter, très lentement, en 1 h environ, 300 ml d'éthanol à 95 % (V/V). Refroidir et filtrer sur une plaque poreuse. Laver quatre fois le produit avec de l'éthanol à 95 % (V/V). Étendre les cristaux en couche mince dans des capsules et les laisser sécher à l'air pendant au moins 12 h. Sécher enfin pendant plusieurs heures à l'étuve à $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$.

En utilisant les quantités indiquées, on obtient environ 300 g de cristaux secs. Ces cristaux sont hygroscopiques. Ils doivent être conservés en flacons hermétiques, et il est recommandé de sécher la partie utilisée juste avant la préparation de la solution 4.3.2.

4.3.2 Préparation de la solution

Peser $4\text{ g} \pm 0,01\text{ g}$ de sel (4.3.1), soigneusement séché à l'étuve à $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$. Le dissoudre dans de l'eau, diluer à 100 ml et homogénéiser.

5. APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et

- 5.1 **Creuset** filtrant d'environ 30 ml de capacité, à plaque en verre fritté de 30 mm de diamètre (dimension des pores 16-40 μm).
- 5.2 **Agitateur mécanique**, constitué par une baguette en verre recourbée ou tout autre agitateur permettant de décoller facilement le précipité avec un minimum d'eau.
- 5.3 **pH-mètre**, muni d'une électrode en verre.
- 5.4 **Étuve électrique**, réglable à $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,5\text{ }^{\circ}\text{C}$.