
NORME INTERNATIONALE



5793

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION • МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ • ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

Soufre à usage industriel — Dosage des chlorures — Méthode photométrique

Sulphur for industrial use — Determination of chloride content — Photometric method

Première édition — 1978-11-15

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 5793:1978](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c9fbe91d-8c7c-4942-8f46-583ce084e472/iso-5793-1978)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c9fbe91d-8c7c-4942-8f46-583ce084e472/iso-5793-1978>

AVANT-PROPOS

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique correspondant. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO, participent également aux travaux.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes internationales par le Conseil de l'ISO.

La Norme internationale ISO 5793 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 47, *Chimie*, et a été soumise aux comités membres en juin 1977.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

Afrique du Sud, Rép. d'	Égypte, Rép. arabe d'	Roumanie
Allemagne, R. F.	France	Royaume-Uni
Autriche	Hongrie	Suisse
Belgique	Inde	Tchécoslovaquie
Bésil	Israël	Turquie
Bulgarie	Italie	U. R. S. S.
Chili	Kenya	Yougoslavie
Corée, Rép. de	Pologne	

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

Cette Norme internationale a également été approuvée par l'Union internationale de chimie pure et appliquée (IUPAC).

Soufre à usage industriel – Dosage des chlorures – Méthode photométrique

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme internationale spécifie une méthode photométrique de dosage des chlorures dans le soufre à usage industriel.

La méthode est applicable aux produits dont la teneur en chlorures, exprimés en chlore (Cl), est supérieure à 2 mg/kg.

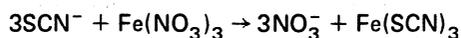
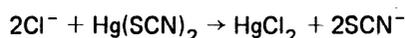
2 PRINCIPE

Extraction des chlorures par traitement d'une prise d'essai, à l'ébullition, avec un mélange de propanol-2 et d'eau.

Déplacement quantitatif des ions thiocyanate (SCN^-) du thiocyanate de mercure(II) par les ions chlorure (Cl^-) contenus dans une partie aliquote de la solution d'extraction. Réaction des ions SCN^- ainsi déplacés avec du nitrate de fer(III) pour former du thiocyanate de fer(III), de coloration rouge.

Mesurage photométrique de la coloration à une longueur d'onde aux environs de 450 nm.

3 RÉACTIONS



4 RÉACTIFS

Préparer et conserver les réactifs dans une atmosphère exempte de chlore et d'acide chlorhydrique.

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

4.1 Propanol-2 (isopropanol).

4.2 Acide nitrique, ρ 1,40 g/ml environ, solution à 68 % (m/m) ou 14 N environ, dont la teneur en chlorures, exprimés en chlore (Cl), n'est pas supérieure à 0,5 mg/kg.

4.3 Nitrate de fer(III), solution correspondant à 8 g de Fe par litre.

Dans une fiole conique de 500 ml, introduire 80 ml d'eau puis 4,0 g de fil de fer pur (titre supérieur à 99,5 %). Ajouter, avec précaution, 80 ml de la solution d'acide nitrique (4.2). Chauffer progressivement puis faire bouillir, sous hotte ventilée, jusqu'à l'attaque complète et l'élimination des vapeurs nitreuses. Décolorer la solution en ajoutant quelques gouttes de solution de peroxyde d'hydrogène à 30 % (m/m) et refaire bouillir durant quelques minutes. Après refroidissement, transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 500 ml, compléter au volume et homogénéiser.

4.4 Thiocyanate de mercure(II), solution à 0,5 g/l.

Peser, à 0,001 g près, 0,100 g de thiocyanate de mercure(II) [$\text{Hg}(\text{SCN})_2$] et les dissoudre dans 180 ml d'eau à 50 °C en agitant.

Filtrer en recueillant le filtrat dans une fiole jaugée de 200 ml, compléter au volume et homogénéiser.

Préparer cette solution au moment de l'emploi.

4.5 Chlorure de sodium, solution étalon correspondant à 0,100 g de Cl par litre.

Peser, à 0,001 g près, 0,165 g de chlorure de sodium préalablement séché durant 1 h à 500 °C puis refroidi en dessiccateur, et le dissoudre dans de l'eau. Transvaser quantitativement la solution obtenue dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 0,1 mg de Cl.

4.6 Chlorure de sodium, solution étalon correspondant à 10 mg de Cl par litre.

Prélever 200 ml de la solution étalon de chlorure de sodium (4.5), les introduire dans une fiole jaugée de 200 ml, compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 0,01 mg de Cl.

Préparer cette solution au moment de l'emploi.

5 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, soigneusement rincé une première fois avec de la solution d'acide nitrique (4.2) puis à l'eau bidistillée, et

5.1 Spectrophotomètre, ou

5.2 Photomètre, muni de filtres assurant un maximum de transmission aux environs de 450 nm.

6 MODE OPÉRATOIRE

Effectuer l'étalonnage et le dosage en atmosphère exempte de chlore et d'acide chlorhydrique.

6.1 Prise d'essai

Broyer l'échantillon pour essai de manière qu'il passe à travers un tamis d'ouverture de maille égale à 250 µm (voir ISO 565).

Peser, à 0,1 g près, une masse de l'échantillon broyé comprise entre 20 et 100 g.

6.2 Établissement de la courbe d'étalonnage

6.2.1 Préparation des solutions témoins, se rapportant à des mesurages photométriques effectués en cuves de 4 ou 5 cm de parcours optique

Dans une série de six fioles jaugées de 50 ml, introduire les volumes de la solution étalon de chlorure de sodium (4.6) indiqués dans le tableau suivant :

Solution étalon de chlorure de sodium (4.6)	Masse correspondante de chlore (Cl)
ml	mg
0*	0
1,0	0,010
2,5	0,025
5,0	0,050
7,5	0,075
10,0	0,100

* Solution de compensation.

Ajouter ensuite, successivement, dans chaque fiole :

- 5 ml de la solution d'acide nitrique (4.2),
- 5 ml de la solution de nitrate de fer(III) (4.3), et
- 20 ml de la solution de thiocyanate de mercure(II) (4.4).

Compléter au volume, homogénéiser et laisser les colorations se développer durant 30 min.

6.2.2 Mesures photométriques

Effectuer les mesurages au moyen du spectrophotomètre (5.1) réglé au maximum d'absorbance (aux environs de 450 nm), ou du photomètre (5.2) muni de filtres appropriés, après avoir ajusté l'appareil au zéro d'absorbance par rapport à l'eau.

6.2.3 Tracé de la courbe

Déduire l'absorbance de la solution de compensation (voir 6.2.1) de celles des solutions témoins (6.2.1).

Tracer un graphique en portant, par exemple, sur l'axe des abscisses, le nombre de milligrammes de chlore (Cl) contenu dans 50 ml de solution témoin et, sur l'axe des ordonnées, les valeurs correspondantes des absorbances.

6.3 Dosage

6.3.1 Préparation de la solution d'essai

Introduire la prise d'essai (6.1) dans un ballon de 500 ml. Ajouter 200 ml, exactement mesurés, d'un mélange constitué par 1 volume du propanol-2 (4.1) et 7 volumes d'eau.

Mettre en place un réfrigérant à reflux, porter et maintenir à ébullition modérée le contenu du ballon durant 30 min. Laisser refroidir et filtrer sur un papier filtre sec, à texture moyenne, en rejetant les premiers 100 ml (environ) du filtrat et en recueillant le reste. Ne pas rincer.

6.3.2 Développement de la coloration

Dans une fiole jaugée de 50 ml, introduire 10,0 ml de la solution d'essai (6.3.1). Ajouter 5 ml de la solution d'acide nitrique (4.2), puis 5 ml de la solution de nitrate de fer(III) (4.3) et 20 ml de la solution de thiocyanate de mercure(II) (4.4).

Compléter au volume, homogénéiser et laisser la coloration se développer durant 30 min.

6.3.3 Mesure photométrique

Effectuer le mesurage photométrique de la solution d'essai (6.3.1) et de la solution de l'essai à blanc (6.4) en suivant le mode opératoire spécifié en 6.2.2, après avoir ajusté l'appareil au zéro d'absorbance par rapport à l'eau.

NOTE — Si l'absorbance mesurée est supérieure au maximum de la courbe d'étalonnage, recommencer le dosage sur un volume moindre de la solution d'essai et en tenir compte dans la formule de calcul.

6.4 Essai à blanc

Effectuer, parallèlement au dosage et en suivant le même mode opératoire, un essai à blanc en employant les mêmes quantités de tous les réactifs que celles utilisées pour le dosage (6.3.2 et 6.3.3), mais en remplaçant les 10,0 ml de la solution d'essai par 10,0 ml d'un mélange constitué par 1 volume du propanol-2 (4.1) et 7 volumes d'eau.

7 EXPRESSION DES RÉSULTATS

Au moyen de la courbe d'étalonnage (6.2.3), déterminer la quantité de Cl correspondant à la valeur de la mesure photométrique.

La teneur en chlorures, exprimée en milligrammes de chlore (Cl) par kilogramme, est donnée par la formule

$$\begin{aligned} & (m_1 - m_2) \times \frac{200}{10} \times \frac{1\,000}{m_0} \\ &= \frac{20\,000 (m_1 - m_2)}{m_0} \end{aligned}$$

où

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai (6.1);

m_1 est la masse, en milligrammes, de Cl trouvée dans la solution d'essai;

m_2 est la masse, en milligrammes, de Cl trouvée dans la solution de l'essai à blanc.

Exprimer les résultats à 1 mg/kg près.

8 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

Le procès-verbal d'essai doit contenir les indications suivantes :

- a) identification de l'échantillon;
- b) référence de la méthode utilisée;
- c) résultats, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;
- d) compte rendu de tous détails particuliers éventuels relevés au cours de l'essai;
- e) compte rendu de toutes opérations non prévues dans la présente Norme internationale, ou de toutes opérations facultatives.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 5793:1978

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c9fbc91d-8c7c-4942-8f46-583ce084e472/iso-5793-1978>

ANNEXE

PUBLICATIONS ISO RELATIVES AU SOUFRE À USAGE INDUSTRIEL

ISO 2866 – Dosage du carbone total – Méthode titrimétrique.

ISO 3425 – Détermination des cendres à 850-900 °C et du résidu à 200 °C.

ISO 3426 – Détermination de la perte de masse à 80 °C.

ISO 3704 – Détermination de l'acidité – Méthode titrimétrique.

ISO 3705 – Dosage de l'arsenic – Méthode photométrique au diéthylthiocarbamate d'argent.

ISO 5793 – Dosage des chlorures – Méthode photométrique.

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 5793:1978

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c9fbc91d-8c7c-4942-8f46-583ce084e472/iso-5793-1978>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 5793:1978

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c9fbc91d-8c7c-4942-8f46-583ce084e472/iso-5793-1978>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 5793:1978

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c9fbc91d-8c7c-4942-8f46-583ce084e472/iso-5793-1978>