
Norme internationale



6228

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

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

Chemical products for industrial use — General method for determination of traces of sulphur compounds, as sulphate, by reduction and titrimetry

iTeh STANDARD PREVIEW

Première édition — 1980-11-01 **(standards.iteh.ai)**

[ISO 6228:1980](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/78768678-5a48-4760-9dd7-ee58898cef4c/iso-6228-1980>

CDU 543.242.8 : 546.221/.226

Réf. n° : ISO 6228-1980 (F)

Descripteurs : analyse chimique, dosage, soufre, élément à l'état de trace, méthode par réduction, méthode volumétrique, matériel d'essai.

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 6228 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 47, *Chimie*, et a été soumise aux comités membres en novembre 1978.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

[ISO 6228:1980](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/78768678-5a48-4760-9dd7-ee58986c6f4c/iso-6228-1980)

Afrique du Sud, Rép. d'	France	Roumanie
Allemagne, R.F.	Hongrie	Royaume-Uni
Australie	Inde	Suisse
Autriche	Israël	Tchécoslovaquie
Belgique	Italie	Turquie
Bulgarie	Mexique	URSS
Chine	Nouvelle-Zélande	Yougoslavie
Corée, Rép. de	Pays-Bas	
Égypte, Rép. arabe d'	Pologne	

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

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

Produits chimiques à usage industriel – Méthode générale de dosage, à l'état de sulfate, de traces de composés soufrés, par réduction et titrimétrie

1 Objet

La présente Norme internationale spécifie une méthode générale de dosage, à l'état de sulfate, de traces de composés soufrés, par réduction et titrimétrie dans les produits chimiques à usage industriel.

La Norme internationale relative au produit auquel la méthode est à appliquer doit spécifier, si nécessaire, la méthode selon laquelle le produit doit être traité afin de transformer les produits soufrés en sulfate, ainsi que toutes modifications à apporter à la méthode générale.

2 Domaine d'application

La méthode est applicable au dosage de quantités de sulfate (SO_4^{2-}) comprises entre 4,5 et 450 μg , soit en solution soit, dans certains cas, directement dans la prise d'essai. Le volume de solution prélevé pour le dosage ne doit pas contenir plus de 2 ml d'eau, et la prise d'essai ne doit pas contenir plus de la quantité limite acceptable d'éléments interférents, comme spécifié dans la Norme internationale relative au produit auquel la méthode est à appliquer.

Le sulfate peut être directement présent dans le produit ou être obtenu par un traitement préalable approprié de l'échantillon contenant les composés soufrés, afin d'obtenir une solution d'essai.

La précision que la méthode permet d'atteindre est de $\pm 5\%$.

NOTE — La méthode permet de doser les sulfures (mais non les polysulfures) en présence d'autres composés soufrés, en remplaçant la solution réductrice par l'acide chlorhydrique.

3 Principe

Conversion préalable des composés soufrés d'une prise d'essai en sulfate si nécessaire, et réduction des ions sulfate en sulfure d'hydrogène par un mélange formé d'acide iodhydrique et d'acide phosphénique (hypophosphoreux), en présence d'acide chlorhydrique. Entraînement du sulfure d'hydrogène dans un courant d'azote et absorption dans une solution hydroacétonique d'hydroxyde de sodium. Titrage des ions sulfure par une solution titrée d'acétate ou de nitrate de mercure(II), en présence de diphényl-1,5 thiocarbazon-3 (dithizone) 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 Acétone.

4.2 Azote, exempt d'oxygène.

4.3 Hydroxyde de sodium, solution à 40 g/l.

4.4 Solution réductrice.

Dans un ballon de capacité 1 000 ml, à trois cols rodés et muni d'un réfrigérant à reflux à boules (voir, par exemple, figure 2), introduire, dans l'ordre et sous un courant de l'azote (4.2),

- 100 ml de solution d'acide iodhydrique, ρ 1,71 g/ml environ, solution à 57 % (m/m) environ;
- 25 ml de solution d'acide phosphénique (hypophosphoreux) (H_3PO_2), ρ 1,21 g/ml environ, solution à 50 % (m/m) environ;
- 100 ml de solution d'acide chlorhydrique, ρ 1,19 g/ml environ, solution à 38 % (m/m) environ.

Monter le réfrigérant à reflux sur le ballon et, en faisant barboter un léger courant de l'azote (4.2) dans la solution, faire bouillir sous reflux durant 4 h environ.

Refroidir ensuite jusqu'à la température ambiante, en maintenant le courant d'azote.

Conserver le réactif à l'abri de la lumière dans un flacon en verre sombre, muni d'un bouchon en verre rodé, et sous atmosphère d'azote obtenue en purgeant initialement le flacon avec de l'azote (4.2).

La solution reste stable durant plusieurs semaines.

NOTE — Ce réactif doit être préparé sous une hotte à fumées de façon à éliminer le chlorure d'hydrogène libéré.

4.5 Sulfate de sodium, solution étalon de référence, $c(\text{Na}_2\text{SO}_4) = 0,001 \text{ mol/l}$.

Peser, à 0,000 1 g près, 0,142 0 g de sulfate de sodium anhydre préalablement séché durant 2 h à 110 °C environ puis refroidi en dessiccateur. Le dissoudre dans 100 ml environ d'eau et transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 96 µg de SO_4^{2-} .

4.6 Sulfate de sodium, solution étalon de référence, $c(\text{Na}_2\text{SO}_4) = 0,000 1 \text{ mol/l}$.

Prélever 100,0 ml de la solution étalon de sulfate de sodium (4.5), les introduire dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 9,6 µg de SO_4^{2-} .

Préparer cette solution au moment de l'emploi.

4.7 Acétate de mercure(II), solution titrée, $c[\text{Hg}(\text{CH}_3\text{COO})_2] = 0,001 \text{ mol/l}$.

Peser, à 0,000 1 g près, 0,318 7 g d'acétate de mercure(II) $[\text{Hg}(\text{CH}_3\text{COO})_2]$, le dissoudre dans 100 ml environ d'eau et transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Compléter au volume et homogénéiser.

En variante, on peut employer la solution suivante :

4.7.1 Nitrate de mercure(II), solution titrée, $c[\text{Hg}(\text{NO}_3)_2] = 0,001 \text{ mol/l}$.

Peser $10,83 \pm 0,01 \text{ g}$ d'oxyde de mercure(II) (HgO), les placer dans un bécher de capacité appropriée (par exemple 100 ml) et les dissoudre dans 10 ml de solution d'acide nitrique, $\rho 1,40 \text{ g/ml}$ environ, solution à 68 % (m/m) environ. Diluer la solution, la transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser.

NOTE — Cette solution peut également être préparée par dissolution d'une masse de 17,13 g de nitrate de mercure(II) monohydraté $[\text{Hg}(\text{NO}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}]$ dans de l'eau acidifiée par 1 ml de solution d'acide nitrique, $\rho 1,40 \text{ g/ml}$ environ.

Prélever 20,00 ml de cette solution, les introduire dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser.

Préparer cette dernière solution au moment de l'emploi.

4.8 Acétate de mercure(II), solution titrée, $c[\text{Hg}(\text{CH}_3\text{COO})_2] = 0,000 1 \text{ mol/l}$.

Prélever 100,0 ml de la solution d'acétate de mercure(II) (4.7), les introduire dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser.

Préparer cette solution au moment de l'emploi.

En variante, on peut employer la solution suivante :

4.8.1 Nitrate de mercure(II), solution titrée, $c[\text{Hg}(\text{NO}_3)_2] = 0,000 1 \text{ mol/l}$.

Prélever 100,0 ml de la solution de nitrate de mercure(II)

(4.7.1), les introduire dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser.

Préparer cette solution au moment de l'emploi.

NOTE — Les titres des solutions (4.7, 4.7.1, 4.8 et 4.8.1) ainsi préparées sont suffisamment exacts, compte tenu des faibles quantités d'ions sulfate à doser. Un étalonnage n'est donc pas nécessaire.

4.9 Diphényl-1,5 thiocarbazone-3 [Dithizone], solution à 0,5 g/l dans de l'acétone (4.1).

Le temps de conservation de cette solution est limité à 2 semaines.

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Appareil pour réduction et entraînement (du type, par exemple, représenté à la figure 1), dont tous les éléments sont raccordés par l'intermédiaire de joints rodés, à l'exception du joint flexible.

5.2 Microburette, graduée en 0,01 ml.

6 Mode opératoire

AVERTISSEMENT — Les sels de mercure sont toxiques et il faut les manipuler avec précaution. Afin d'éviter les risques de pollution des eaux de rejet par le mercure, conserver les solutions résiduelles provenant des titrages et les traiter selon l'annexe C.

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

Peser une masse de l'échantillon pour essai et préparer la solution d'essai suivant les modalités spécifiées dans la Norme internationale relative au produit considéré. La solution d'essai doit répondre aux conditions suivantes :

- la solution d'essai doit contenir dans son volume total, ou dans la partie aliquote prélevée pour la détermination, 2 ml d'eau au maximum et des quantités d'ions sulfate (SO_4^{2-}) comprises entre 4,5 et 450 µg;
- la solution d'essai doit être exempte des interférences indiquées dans l'annexe B ou avoir été traitée de manière à les éliminer.

NOTE — S'il s'agit d'un produit liquide, ou solide soluble dans les acides, dont la teneur présumée en ions sulfate de la prise d'essai est comprise entre 4,5 et 450 µg, introduire directement cette prise d'essai dans la fiole à réduction de l'appareil (5.1).

6.2 Essai de contrôle

Contrôler l'étanchéité de l'appareil (5.1) et son fonctionnement (réduction des composés soufrés et récupération quantitative du sulfure d'hydrogène dégagé) de la façon suivante.



NORME INTERNATIONALE ISO 6228-1980 (F)/ERRATUM

Publié 1981-12-01

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

Produits chimiques à usage industriel — Méthode générale de dosage, à l'état de sulfate, de traces de composés soufrés, (par réduction et titrimétrie)

[ISO 6228:1980](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/78768678-5a48-4760-9dd7-ee58898cef4c/iso-6228-1980)

ERRATUM

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/78768678-5a48-4760-9dd7-ee58898cef4c/iso-6228-1980>

Page 3

Tableau

Remplacer «De 4,5 à 450» par

«De 45 à 450»

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6228:1980

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/78768678-5a48-4760-9dd7-ee58898cef4c/iso-6228-1980>

Introduire, dans le tube récepteur de l'appareil (5.1), 5 ml de la solution d'hydroxyde de sodium (4.3), 5 ml de l'acétone (4.1) et 0,1 ml de la solution de dithizone (4.9). Homogénéiser et ajouter, goutte à goutte, la solution appropriée de mercure(II) (acétate ou nitrate) comme indiqué dans le tableau suivant, jusqu'à virage du jaune au rose.

Teneur présumée en SO_4^{2-}	Solution titrée d'acétate ou de nitrate de mercure(II)	Solution étalon de référence de sulfate de sodium
μg		
De 4,5 à 60	4.8 ou 4.8.1	4.6
De 4,5 à 450	4.7 ou 4.7.1	4.5

NOTE — Dans le cas d'emploi de très faibles quantités de solution titrante à 0,000 1 mol/l (de l'ordre de 1 ml), réduire à 1 goutte l'ajout de la solution de dithizone afin de détecter plus aisément le point final de la réaction.

Introduire, dans la fiole à réduction, propre et sèche, de l'appareil (5.1), 2,00 ml de la solution étalon de référence appropriée de sulfate de sodium (4.5 ou 4.6).

Assembler l'appareil (5.1) comme indiqué, par exemple, à la figure 1, en ayant soin d'enduire légèrement les joints rodés avec une graisse de silicone. Le robinet 3 étant fermé, enlever le tube à joint rodé fermant le haut de l'ampoule à introduire, verser dans l'ampoule 15 ml de la solution réductrice (4.4) et remettre en place le tube à joint rodé. Serrer les joints rodés avec des pinces à ressort appropriées afin d'assurer la parfaite étanchéité de l'appareil. Ouvrir le robinet 1 et faire passer, à travers le tube adducteur, un léger courant de l'azote (4.2) à une vitesse de 2 ou 3 bulles par seconde comptées à la sortie du tube plongeant dans le tube récepteur. Ouvrir les robinets 2 et 3 et laisser s'écouler la solution réductrice de l'ampoule à robinet dans la fiole à réduction. Fermer les robinets 2 et 3.

Tout en maintenant le courant d'azote à travers le tube adducteur, plonger, à une profondeur de 70 mm environ, la fiole à réduction dans un bain d'eau bouillante et l'y laisser séjourner durant 30 min environ. Ouvrir alors les robinets 2 et 3 et faire passer l'azote à travers l'ampoule à robinet durant 5 min.

Le sulfure d'hydrogène, libéré par la réduction, est absorbé par la solution contenue dans le tube récepteur, qui redeviendra jaune.

NOTE — Une éventuelle coloration bleu-vert indique qu'une forte quantité d'acide chlorhydrique a été entraînée. Il devient nécessaire de répéter l'essai en contrôlant soigneusement la vitesse du courant d'azote et l'efficacité du réfrigérant.

Débrancher les différentes parties de l'appareil (5.1), laver le tube de liaison avec quelques millilitres d'un mélange à parties égales d'eau et de l'acétone (4.1), en recueillant le liquide de lavage dans le tube récepteur. Titrer la solution obtenue avec la solution d'acétate de mercure(II) (4.7 ou 4.8, selon le cas), ou de nitrate de mercure(II) (4.7.1 ou 4.8.1, selon le cas), à l'aide de la microburette (5.2), jusqu'à nouvelle coloration rose.

Effectuer un essai à blanc des réactifs en suivant le même mode opératoire que pour l'essai de contrôle, mais en omettant

l'ajout de la solution étalon de référence de sulfate de sodium (4.5 ou 4.6, selon le cas).

L'essai de contrôle est déclaré satisfaisant si le volume de la solution titrée de mercure(II) (acétate ou nitrate), utilisé pour le titrage, est compris entre 1,90 et 2,10 ml, après déduction du résultat de l'essai à blanc des réactifs utilisés pour l'essai de contrôle. Si les résultats sont en dehors de ces limites, il faut en rechercher la raison et l'éliminer, par exemple en vérifiant l'étanchéité de l'appareil.

6.3 Détermination

Effectuer la détermination suivant les modalités spécifiées en 6.2, en ayant soin de

- remplacer les 2,00 ml de la solution étalon de référence appropriée de sulfate de sodium par la prise d'essai (6.1) ou par la partie aliquote de la solution d'essai, qui ne doit, en aucun cas, contenir plus de 2 ml d'eau;

- chauffer la solution contenue dans la fiole à réduction dans un bain d'eau bouillante durant une période capable d'assurer la conversion totale des ions sulfate en sulfure d'hydrogène; cette période sera spécifiée dans la Norme internationale relative au produit soumis à l'essai.

6.4 Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc en employant les mêmes réactifs (y compris ceux qui interviennent dans la préparation de la solution d'essai) que ceux utilisés pour la détermination (6.3) et en suivant le même mode opératoire, mais en omettant la prise d'essai (6.1).

7 Expression des résultats

La Norme internationale relative au produit considéré donnera les formules à appliquer pour les calculs.

8 Procès-verbal d'essai

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

- identification de l'échantillon;
- référence de la méthode générale utilisée et de la Norme internationale relative au produit analysé;
- résultats, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;
- compte rendu de tous détails particuliers éventuels relevés au cours de l'essai;
- compte rendu de toutes opérations non prévues dans la présente Norme internationale ou dans la Norme internationale relative au produit analysé, ou de toutes opérations facultatives.

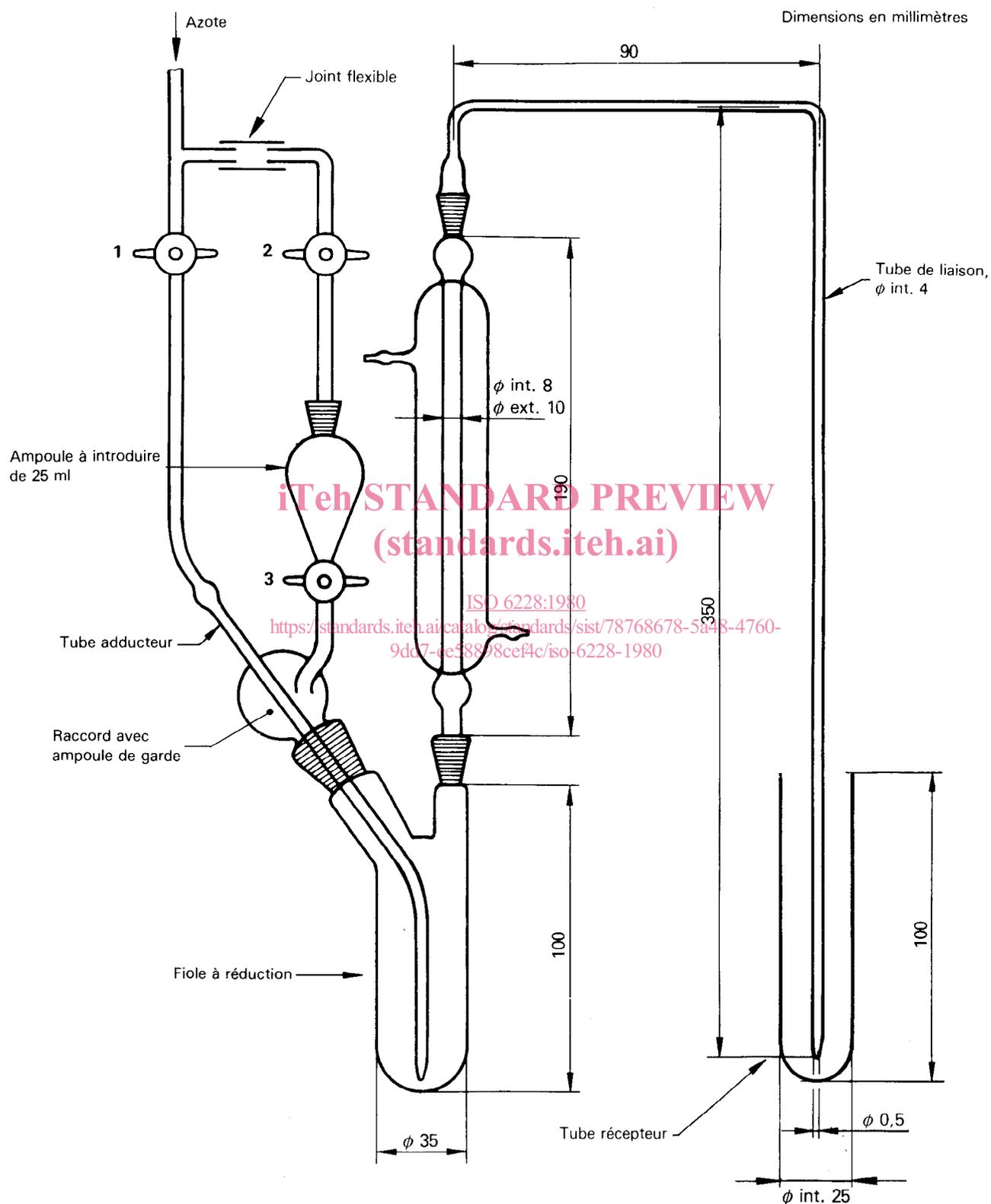


Figure 1 — Exemple d'appareil pour réduction et entraînement

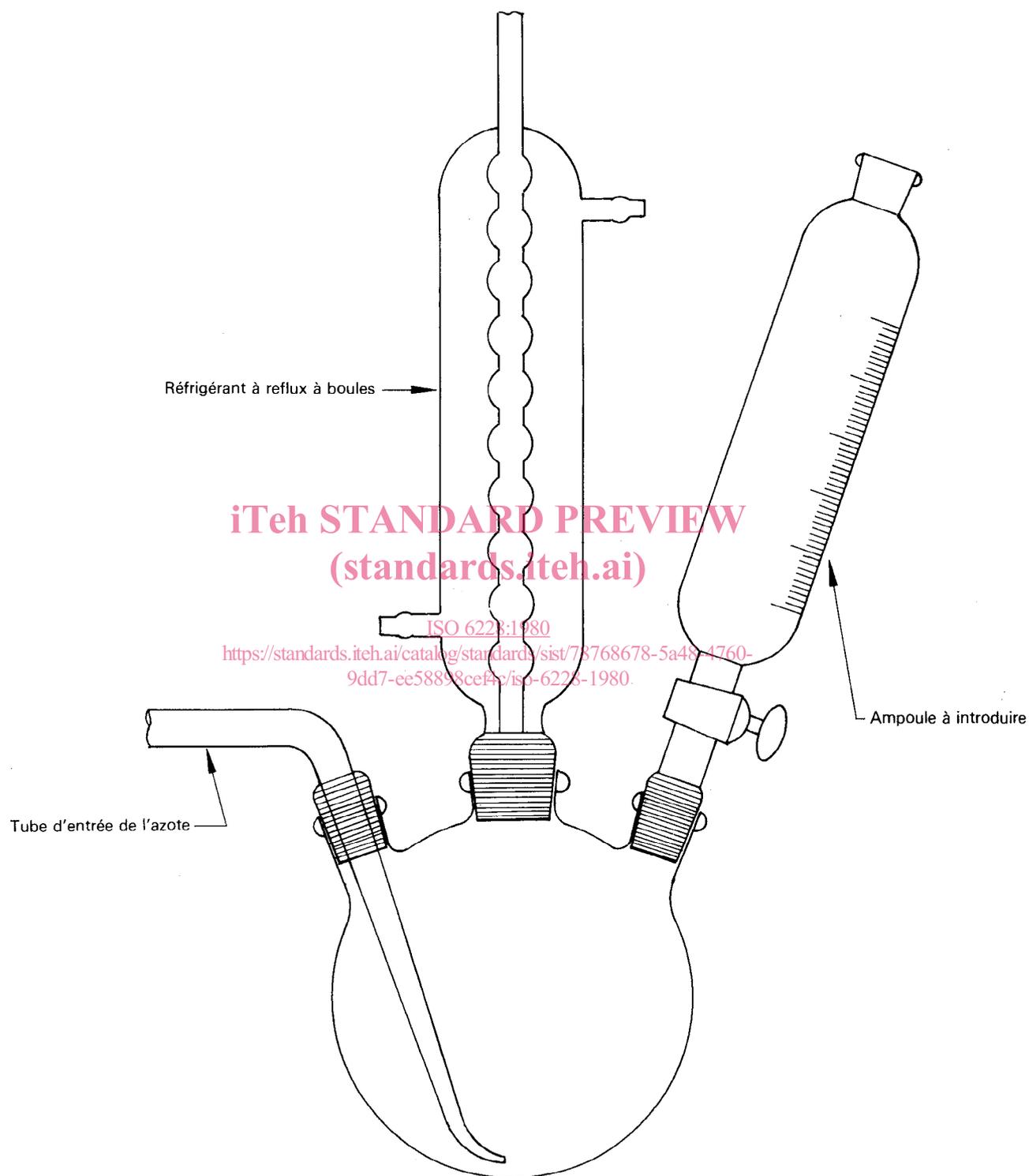


Figure 2 — Exemple d'appareil pour la préparation de la solution réductrice