

# ISO

ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

## RECOMMANDATION ISO R 980

HYDROXYDE DE SODIUM À USAGE INDUSTRIEL  
DOSAGE DU DIOXYDE DE CARBONE,  
EXPRIMÉ EN CARBONATE DE SODIUM  
MÉTHODE GAZOMÉTRIQUE

---

1<sup>ère</sup> ÉDITION  
Février 1969

REPRODUCTION INTERDITE

Le droit de reproduction des Recommandations ISO et des Normes ISO est la propriété des Comités Membres de l'ISO. En conséquence, dans chaque pays, la reproduction de ces documents ne peut être autorisée que par l'organisation nationale de normalisation de ce pays, membre de l'ISO.

Seules les normes nationales sont valables dans leurs pays respectifs.

Imprimé en Suisse

Ce document est également édité en anglais et en russe. Il peut être obtenu auprès des organisations nationales de normalisation.

## HISTORIQUE

La Recommandation ISO/R 980, *Hydroxyde de sodium à usage industriel – Dosage du dioxyde de carbone, exprimé en carbonate de sodium – Méthode gazométrique*, a été élaborée par le Comité Technique ISO/TC 47, *Chimie*, dont le Secrétariat est assuré par l'Ente Nazionale Italiano di Unificazione (UNI).

Les travaux relatifs à cette question aboutirent, en 1966, à l'adoption d'un Projet de Recommandation ISO.

En décembre 1966, ce Projet de Recommandation ISO (N° 1089) fut soumis à l'enquête de tous les Comités Membres de l'ISO. Il fut approuvé, sous réserve de quelques modifications d'ordre rédactionnel, par les Comités Membres suivants :

Afrique du Sud, Rép. de	Iran	Roumanie
Allemagne	Irlande	Royaume-Uni
Autriche	Israël	Suisse
Belgique	Italie	Tchécoslovaquie
Chili	Japon	Thaïlande
Corée, Rép. Dém. P. de	Nouvelle-Zélande	Turquie
Espagne	Pays-Bas	U.R.S.S.
France	Pologne	Yougoslavie
Hongrie	Portugal	
Inde	R.A.U.	

Deux Comités Membres se déclarèrent opposés à l'approbation du Projet :

Cuba  
U.S.A.

Le Projet de Recommandation ISO fut alors soumis par correspondance au Conseil de l'ISO qui décida, en février 1969, de l'accepter comme RECOMMANDATION ISO.

HYDROXYDE DE SODIUM À USAGE INDUSTRIEL  
 DOSAGE DU DIOXYDE DE CARBONE,  
 EXPRIMÉ EN CARBONATE DE SODIUM  
 MÉTHODE GAZOMÉTRIQUE

1. OBJET

La présente Recommandation ISO décrit une méthode gazométrique de dosage du dioxyde de carbone, exprimé en carbonate de sodium, dans l'hydroxyde de sodium à usage industriel.

2. DOMAINE D'APPLICATION

La méthode générale est applicable au dosage du dioxyde de carbone dans l'hydroxyde de sodium à usage industriel.

**Cas particulier**

Hydroxyde de sodium contenant du chlorate.

3. PRINCIPE

Mesure volumétrique du dioxyde de carbone dégagé en attaquant une prise d'essai par une solution d'acide chlorhydrique.

4. RÉACTIFS

- 4.1 Eau distillée ou eau de pureté équivalente, exempte de dioxyde de carbone à la température ambiante.  
 Eliminer le dioxyde de carbone éventuellement présent soit par ébullition pendant 10 minutes, suivie de refroidissement à l'abri du dioxyde de carbone atmosphérique, soit, plus simplement, par barbotage pendant 15 minutes d'air exempt de dioxyde de carbone.  
 L'air est débarrassé du dioxyde de carbone en le faisant passer dans une colonne contenant de l'hydroxyde de sodium en morceaux.  
 Conserver l'eau à l'abri du dioxyde de carbone atmosphérique.
- 4.2 *Acide chlorhydrique*,  $d = 1,19$ , solution à 38 % (m/m) ou 12 N environ.
- 4.3 *Chlorure de sodium*, solution acide, colorée.  
 Dissoudre 263 g de chlorure de sodium dans de l'eau.  
 Ajouter 5 ml de solution d'acide sulfurique,  $d = 1,83$  environ (solution à 93,6 % (m/m) ou 35 N environ). Diluer à 1000 ml, ajouter un peu de solution de méthylorange à 0.5 g/l et homogénéiser.
- 4.4 *Hydroxyde de sodium*,  $d = 1,22$ , solution à 20 % (m/m) ou 6 N environ.  
 Dissoudre 120 g d'hydroxyde de sodium dans de l'eau. Diluer à 500 ml et homogénéiser.

## 5. APPAREILLAGE

- 5.1 *Matériel courant de laboratoire.*
- 5.2 *Appareil* représenté sur la Figure, page 8.

## 6. MODE OPÉRATOIRE

### 6.1 Prise d'essai

Peser, à 0,01 g près, une masse de l'échantillon pour essai (produit solide ou liquide)\* correspondant à 10 g environ de NaOH.

### 6.2 Dosage

- 6.2.1 *Préparation de l'appareil.* Remplir la burette (B) de l'appareil (5.2), par le flacon de niveau (F), avec la solution acide colorée (4.3).

Verser, dans l'absorbeur (C), de la solution d'hydroxyde de sodium (4.4).  
(Renouveler celle-ci après environ 100 dosages).

La burette (B) et l'absorbeur (C) étant supposés remplis respectivement jusqu'au robinet ( $R_1$ ) et jusqu'au repère ( $a$ ), et les robinets ( $R_1$ ) et ( $R_2$ ) étant fermés, introduire, dans le ballon (A), la prise d'essai (6.1) et, s'il s'agit de produit solide, la dissoudre avec 30 ml environ d'eau (4.1). Diluer ensuite à environ 40 ml afin de réduire le volume mort à une valeur légèrement supérieure à 100 ml (volume libre au-dessus du liquide dans le ballon (A) + volume du tube du réfrigérant (D) jusqu'au robinet ( $R_1$ )).

Introduire, dans le ballon, trois billes en porcelaine ou en verre, d'environ 2 mm de diamètre, et quelques fragments de pierre ponce d'un volume total sensiblement égal à celui des billes. Boucher le ballon et fermer le robinet (R).

Mettre le ballon (A) en communication avec la burette (B) par le robinet ( $R_1$ ) et abaisser le flacon de niveau (F).

Vérifier l'étanchéité de l'appareil par des manœuvres appropriées des robinets et du flacon de niveau.

- 6.2.2 *Dégagement et mesure du dioxyde de carbone.* Introduire, dans le ballon (A), par l'entonnoir à robinet et en évitant toute perte de gaz, 35 ml de solution d'acide chlorhydrique (4.2). L'acidité de la solution contenue dans le ballon est ainsi environ 2 N après dégagement du dioxyde de carbone.

Chauffer le ballon et maintenir la solution à l'ébullition pendant 5 minutes en alimentant le réfrigérant en eau froide. Cesser ensuite de chauffer et rajouter de la solution acide et colorée (4.3) par l'entonnoir à robinet en abaissant davantage le flacon de niveau (F) de manière à faire monter le liquide du ballon (A) dans le tube du réfrigérant jusqu'au robinet ( $R_1$ ). Fermer alors celui-ci et attendre 5 minutes pour permettre aux gaz de prendre la température de la jaquette thermostatique.

\* Voir Recommandation ISO/R 977, *Hydroxyde de sodium à usage industriel – Préparation et conservation de l'échantillon pour essai*, paragraphe 2.2.

Mesurer le volume gazeux  $V$  à la pression atmosphérique  $P$  et à la température  $t$  de l'eau contenue dans la jaquette. Dans ce but, manœuvrer le flacon de niveau (F) de façon à amener la solution acide colorée (4.3) au même niveau dans ce flacon et dans la burette (B); lire le volume sur cette dernière.

Disposer alors les robinets ( $R_1$ ) et ( $R_2$ ) de manière à faire communiquer la burette (B) et l'absorbeur (C), puis élever le flacon de niveau (F) afin de transvaser les gaz dans l'absorbeur où le dioxyde de carbone est absorbé. Ramener ensuite les gaz non absorbés dans la burette (B) en abaissant le flacon de niveau (F) et, après avoir ramené le niveau de la solution d'hydroxyde de sodium (4.4) au repère ( $a$ ) de l'absorbeur (C) et fermé le robinet ( $R_2$ ), lire le volume gazeux restant. Répéter ces opérations jusqu'à obtention d'un volume gazeux constant  $V_1$ .

La différence de volume ( $V - V_1$ ) représente le dioxyde de carbone contenu dans la prise d'essai, mesuré à la pression atmosphérique et à la température de la jaquette thermostatique.

### 7. EXPRESSION DES RÉSULTATS

La teneur en dioxyde de carbone, exprimée en carbonate de sodium ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ), est donnée, en pourcentage en masse, par la formule suivante :

$$(V - V_1) \times \frac{273}{273 + t} \times \frac{P - p}{760} \times 0,001\,976\,8 \times \frac{105,989}{44,010} \times \frac{100}{E} = 0,171 \frac{P - p}{273 + t} \times \frac{V - V_1}{E}$$

où

$V$  est le volume, en millilitres, de gaz avant absorption du  $\text{CO}_2$  ;

$V_1$  est le volume, en millilitres, de gaz après absorption du  $\text{CO}_2$  ;

$t$  est la température, en degrés Celsius, de l'eau contenue dans la jaquette thermostatique;

$P$  est la pression atmosphérique, en millimètres de mercure absolu, lors de la détermination;

$p$  est la tension de vapeur, en millimètres de mercure absolu, de la solution acide colorée (4.3) à la température de l'eau contenue dans la jaquette thermostatique; sa valeur est donnée dans le tableau, ci-après, pour des températures de 10 à 30 °C :

Température, $t$ °C	10	12	14	16	18	20	22	24	26	28	30
Tension de vapeur $p$ mmHg absolu	8	9	10	11	12	14	16	18	20	22	25

0,001 976 8 est le facteur de transformation du volume, en millilitres, de  $\text{CO}_2$ , en masse, en grammes, de  $\text{CO}_2$  ;

$\frac{105,989}{44,010}$  est le facteur de transformation de la masse de  $\text{CO}_2$  en masse correspondante de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  ;

$E$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai.

## 8. CAS PARTICULIER

Dans le cas d'hydroxyde de sodium contenant du chlorate, l'addition de solution d'acide chlorhydrique provoque un dégagement de chlore. Ce dernier est absorbé dans la solution d'hydroxyde de sodium en même temps que le dioxyde de carbone entraînant ainsi une erreur par excès.

### 8.1 Principe

Réduction préalable du chlorate en chlorure par addition de sulfate de fer (II).  
Exécution du dosage d'après la méthode générale.

### 8.2 Réactifs

Réactifs figurant au chapitre 4 et

#### 8.2.1 *Sulfate de fer (II)*, solution chlorhydrique à 280 g/l.

Dissoudre 28 g de sulfate de fer (II) heptahydraté dans de l'eau (4.1). Ajouter 2 gouttes de la solution d'acide chlorhydrique (4.2), diluer à 100 ml et homogénéiser.

### 8.3 Appareillage

Voir chapitre 5.

### 8.4 Mode opératoire

#### 8.4.1 *Prise d'essai*. Voir paragraphe 6.1.

#### 8.4.2 *Dosage*.

##### 8.4.2.1 PRÉPARATION DE L'APPAREIL. Voir paragraphe 6.2.1.

8.4.2.2 DÉGAGEMENT ET MESURE DU DIOXYDE DE CARBONE. Introduire, par l'entonnoir à robinet et en évitant toute perte de gaz, 5 ml de la solution de sulfate de fer (8.2.1). Mélanger et ajouter seulement alors 35 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.2). L'acidité de la solution contenue dans le ballon est ainsi environ 2 N après dégagement du dioxyde de carbone.

Continuer le dosage d'après la méthode générale, comme indiqué à partir du deuxième alinéa du paragraphe 6.2.2.

### 8.5 Expression des résultats

Voir chapitre 7.

## 9. PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

Donner les indications suivantes :

- a) la référence à la méthode employée;
- b) les résultats ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;
- c) tous détails particuliers éventuels relevés au cours de l'essai;
- d) toutes opérations non prévues dans la présente Recommandation ISO ou toutes opérations facultatives.

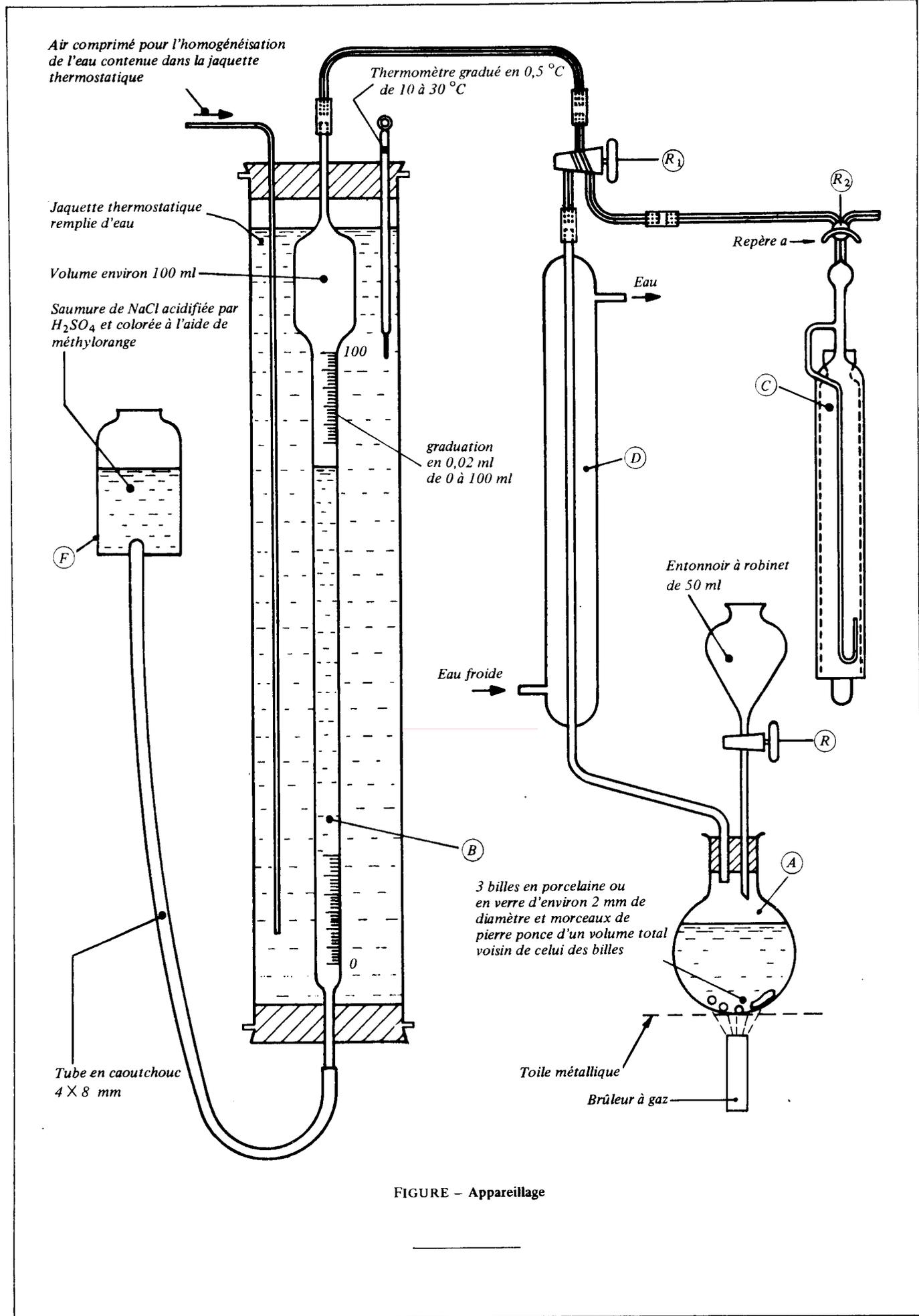


FIGURE - Appareillage