

NORME INTERNATIONALE

ISO
8915

Première édition
1987-12-15



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

Oléfines légères à usage industriel — Dosage des traces de chlore — Méthode de combustion Wickbold

Light olefins for industrial use — Determination of traces of chlorine — Wickbold combustion method

(standards.iteh.ai)

[ISO 8915:1987](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/361922d3-2894-47ca-ba19-0397c3222ba9/iso-8915-1987>

Numéro de référence
ISO 8915 : 1987 (F)

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 normalement confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. 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. Les Normes internationales sont approuvées conformément aux procédures de l'ISO qui requièrent l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 8915 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 47, *Chimie*.

[ISO 8915:1987](https://standards.iso.org/iso/8915:1987)

L'attention des utilisateurs est attirée sur le fait que toutes les Normes internationales sont de temps en temps soumises à révision et que toute référence faite à une autre Norme internationale dans le présent document implique qu'il s'agit, sauf indication contraire, de la dernière édition.

Oléfines légères à usage industriel — Dosage des traces de chlore — Méthode de combustion Wickbold

AVERTISSEMENT — Le mode opératoire spécifié dans la présente Norme internationale prévoit la combustion d'hydrogène dans un appareil en acier inoxydable, ce qui présente des risques; aussi, toutes les précautions nécessaires doivent être rigoureusement observées.

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de dosage du chlore organique contenu à l'état de traces dans les oléfines légères à usage industriel se trouvant à l'état comprimé, liquéfié ou liquide.

La méthode est applicable aux oléfines dont la teneur en chlore est supérieure à 0,5 mg/kg.

2 Références

ISO 4260, *Produits pétroliers et hydrocarbures — Dosage du soufre — Méthode de combustion Wickbold.*

ISO 6227, *Produits chimiques à usage industriel — Méthode générale de dosage des ions chlorure — Méthode potentiométrique.*

ISO 7382, *Éthylène à usage industriel — Échantillonnage en phase liquide et en phase gazeuse.*

ISO 8563, *Propylène et butadiène à usage industriel — Échantillonnage en phase liquide.*

3 Principe

Aspiration de la prise d'essai gazeuse ou liquide dans la flamme oxydrique d'un brûleur où elle est brûlée avec un large excès d'oxygène.

Absorption du chlore et de l'acide chlorhydrique libérés dans une solution de peroxyde d'hydrogène.

Titration conductimétrique ou potentiométrique des ions chlorure avec une solution de nitrate d'argent.

4 Réactifs et produits

Au cours de l'analyse, sauf indications différentes, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue.

4.1 Eau tridistillée, avec la troisième distillation sur de l'hydroxyde de potassium.

Cette eau doit être utilisée pour la préparation des solutions et le lavage de l'appareillage.

4.2 Oxygène, gaz comprimé, de qualité technique, exempt de chlore.

4.3 Hydrogène, gaz comprimé, de qualité technique, exempt de chlore.

4.4 Acétone.

4.5 Triméthyl-2,2,4 pentane (isooctane), de qualité pour spectrométrie UV.

4.6 Peroxyde d'hydrogène, exempt de chlore, solution à 3 % (m/m).

4.7 Nitrate d'argent, solution titrée, $c(\text{AgNO}_3) = 0,002 \text{ mol/l}$.

Introduire 100 ml d'une solution, étalonnée par potentiométrie (voir ISO 6227) et ajustée, de nitrate d'argent, $c(\text{AgNO}_3) = 0,01 \text{ mol/l}$, dans une fiole jaugée de 500 ml et compléter au volume avec de l'eau (4.1).

1 ml de cette solution correspond à 71 µg de Cl.

4.8 Chlore inorganique, solution étalon correspondant à 50 mg de Cl par litre.

Introduire à l'aide d'une burette, 14,1 ml de solution titrée d'acide chlorhydrique, $c(\text{HCl}) = 0,1 \text{ mol/l}$, dans une fiole jaugée de 1 000 ml et compléter au volume avec de l'eau (4.1).

1 ml de cette solution étalon contient 50 µg de Cl.

4.9 Chlore organique, solution étalon correspondant à 1 g environ de Cl par litre.

Introduire 140 mg de dichloro-1,2 éthane, pesés à 0,1 mg près, dans une fiole jaugée de 100 ml et compléter au volume avec de l'isooctane (4.5).

1 ml de cette solution étalon contient 1 mg environ de Cl.

4.10 Chlore organique, solution étalon correspondant à environ 10 mg de Cl par litre.

Introduire 1 ml de la solution étalon de chlore organique (4.9) dans une fiole jaugée de 100 ml et compléter au volume avec de l'isooctane (4.5).

1 ml de cette solution étalon contient environ 10 µg de Cl.

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Appareil de combustion (voir paragraphes 5.1 et 13.1, et figures 1 et 3 de l'ISO 4260).

Utiliser impérativement un brûleur (voir figure 3 de l'ISO 4260) en acier inoxydable terminé par un élément d'assemblage conique rodé mâle comportant une gorge dans laquelle se trouve un joint torique. Le brûleur est équipé d'un robinet (24) destiné à l'admission des prises d'essai gazeuses et d'un tube d'aspiration muni d'un robinet (25) pour les prises d'essai liquides.

5.2 Dispositifs de sécurité.

Voir paragraphe 5.2 de l'ISO 4260.

5.3 Conductimètre à lecture directe, avec compensation de la conductivité de base.

5.4 Enregistreur, couplé au conductimètre.

5.5 Burette automatique, couplée à la vitesse de déroulement du papier de l'enregistreur.

5.6 Cellule conductimétrique, ayant une constante d'environ 0,5 cm⁻¹.

Une cellule convenable comporte deux électrodes en platine (revêtues de noir de platine) de 10 mm × 10 mm, distantes de 10 mm.

5.7 Vase de titrage, de capacité 300 ml environ, muni d'une double enveloppe pour sa thermorégulation.

5.8 Thermostat et pompe à circulation, permettant de maintenir le vase de titrage à une température de 25 ± 0,1 °C.

5.9 Agitateur magnétique.

6 Échantillonnage

L'échantillon pour essai doit être prélevé suivant les prescriptions de l'ISO 7382 ou de l'ISO 8563.

7 Mode opératoire

7.1 Mesures de sécurité

Voir paragraphe 13.2 de l'ISO 4260.

7.2 Nettoyage de l'appareil

Voir paragraphe 8.1 de l'ISO 4260.

7.3 Assemblage et préparation de l'appareillage

Voir paragraphes 8.2 et 8.3 de l'ISO 4260.

Prendre soin de remplir le réservoir de la solution d'absorption de peroxyde d'hydrogène (4.6).

7.4 Combustion et absorption

Voir paragraphes 8.4, 8.5 et 8.6 de l'ISO 4260.

Effectuer la combustion d'un volume suffisant de prise d'essai conformément aux indications du tableau 1.

Tableau 1 — Relation entre la teneur présumée en chlore, la masse de la prise d'essai et la durée de combustion

Teneur présumée en chlore mg/kg	Masse de la prise d'essai ¹⁾ g	Durée maximale de la combustion-absorption min
0 à 2,5	30	30
2,5 à 5	20	30
5 à 8	15	30
8 à 16	10	15
16 à 30	5	10
30 à 50	3	10

1) Le volume d'échantillon gazeux nécessaire peut être calculé avec une précision suffisante à partir de la masse volumique et de la masse du gaz.

7.5 Contrôle de l'appareil de combustion

Déterminer la teneur en chlore de la solution étalon de chlore organique (4.10) en prenant une prise d'essai de 10 g environ, et avec une durée de combustion-absorption de 15 min au maximum.

Effectuer un essai à blanc comme spécifié en 7.7 mais en remplaçant la solution étalon de chlore organique par l'isooctane (4.5). Calculer la teneur en chlore à l'aide de la formule donnée en 8.1.

La teneur en chlore trouvée doit correspondre, à ± 1 mg/kg, à celle de la solution étalon.

7.6 Détermination

7.6.1 Titrage conductimétrique

7.6.1.1 Contrôle du conductimètre

Dans une éprouvette de 50 ml, introduire 2 ml de la solution étalon de chlore inorganique (4.8), 10 ml de la solution de peroxyde d'hydrogène (4.6) et compléter à 50 ml avec de l'eau (4.1). Effectuer le mesurage (7.6.1.2) sur la solution ainsi préparée. La teneur correspondante trouvée doit être $100 \pm 2 \mu\text{g}$ de Cl par kilogramme.

7.6.1.2 Titrage

Transvaser la solution de peroxyde d'hydrogène se trouvant dans la fiole jaugée (13) dans une éprouvette de 50 ml* et rincer la fiole jaugée (paragraphe 5.1.1.1 de l'ISO 4260) avec de l'eau (4.1) pour obtenir dans l'éprouvette 50 ml de solution.

Transvaser la solution de l'éprouvette de 50 ml dans le vase de titrage (5.7). Rincer l'éprouvette avec 50 ml d'acétone (4.4) en recueillant le solvant de rinçage dans le vase de titrage et y ajouter encore 150 ml d'acétone. Relier le vase de titrage au thermostat et à la pompe à circulation (5.8) et laisser la température s'équilibrer à $25 \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$ tout en agitant avec l'agitateur magnétique (5.9).

Choisir une gamme d'échelle appropriée du conductimètre (5.3) et le régler pour compenser la conductibilité de base de la solution à titrer.

Introduire la cellule conductimétrique (5.6) dans la solution à titrer. Mettre en route en même temps la burette automatique (5.5) et l'enregistreur (5.4) et titrer avec la solution de nitrate d'argent (4.7).

La courbe de titrage obtenue se compose de deux parties sensiblement rectilignes dont le point d'intersection donne le point d'équivalence et l'abscisse donne le volume, en millilitres, de solution de nitrate d'argent utilisé.

7.6.2 Titrage potentiométrique

Titre les 50 ml de solution selon les modalités spécifiées dans le paragraphe 6.2.3 de l'ISO 6227.

7.7 Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc en brûlant de l'oxygène et de l'hydrogène pendant la même durée que lors de la combustion de la prise d'essai, et doser le chlore dans la solution d'absorption en procédant comme spécifié en 7.6.

L'essai à blanc est considéré comme satisfaisant si deux déterminations consécutives donnent une valeur inférieure à 0,02 mg de Cl par kilogramme.

Si l'essai à blanc donne des résultats plus élevés, rincer l'appareillage de combustion et répéter l'essai à blanc avec une autre série de réactifs.

8 Expression des résultats

8.1 Mode de calcul

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

$$\frac{(V_1 - V_0) \times m_1}{m_0}$$

où

V_0 est le volume, en millilitres, de la solution de nitrate d'argent (4.7) utilisé pour l'essai à blanc (7.7);

V_1 est le volume, en millilitres, de la solution de nitrate d'argent (4.7) utilisé pour la détermination (7.6);

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai (voir tableau 1);

m_1 est la masse, en microgrammes, de chlore correspondant à 1 ml de la solution de nitrate d'argent (4.7).

8.2 Fidélité

8.2.1 Répétabilité

La différence entre deux résultats individuels obtenus sur une matière identique soumise à l'essai, par un analyste utilisant le même appareillage dans l'intervalle de temps le plus court, ne dépassera pas la valeur r donnée dans le tableau 2 en moyenne plus d'une fois sur 20 lors de l'application normale et correcte de la méthode.

Tableau 2 — Conditions de répétabilité

Valeurs en milligrammes par kilogramme

Teneur en chlore	r
10	0,8
1	0,2

8.2.2 Reproductibilité

Aucune donnée n'est actuellement disponible.

9 Procès-verbal d'essai

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

- tous renseignements nécessaires à l'identification complète de l'échantillon (lot, date, heure et durée de chaque prélèvement, etc.);

* Si le volume de solution de peroxyde d'hydrogène est supérieure à 50 ml, utiliser une éprouvette de capacité supérieure et ajuster le volume d'acétone de façon à obtenir un rapport eau/acétone égal à 1/4.

b) référence à la présente Norme internationale et à l'ISO 4260;

c) résultats avec la référence à la méthode utilisée (conductimétrique ou potentiométrique), ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;

d) résultats de l'essai de contrôle périodique effectué avant la détermination;

e) compte rendu de tous détails particuliers éventuels relevés au cours de l'essai;

f) compte rendu de toutes opérations non prévues dans la présente Norme internationale ou dans les Normes internationales auxquelles il est fait référence, ou de toutes opérations facultatives.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 8915:1987](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/361922d3-2894-47ca-ba19-0397c3222ba9/iso-8915-1987)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/361922d3-2894-47ca-ba19-0397c3222ba9/iso-8915-1987>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 8915:1987

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/361922d3-2894-47ca-ba19-0397c3222ba9/iso-8915-1987>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 8915:1987

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/361922d3-2894-47ca-ba19-0397c3222ba9/iso-8915-1987>

CDU 543.822 : 547.313 : 546.13

Descripteurs : composé organique, hydrocarbure oléfinique, analyse chimique, dosage, chlore, méthode par combustion.

Prix basé sur 3 pages
