
NORME INTERNATIONALE 731 / VII

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

Acide formique à usage industriel — Méthodes d'essai — Partie VII : Détermination de faibles teneurs en autres acides volatils — Méthode titrimétrique après distillation

*Formic acid for industrial use — Methods of test —
Part VII : Determination of low contents of other volatile acids — Titrimetric method after distillation*

Première édition — 1977-02-15

(standards.iteh.ai)

[ISO 731-7:1977](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c8cd92bc-4ec2-43f6-996b-d4f106ecb343/iso-731-7-1977)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c8cd92bc-4ec2-43f6-996b-d4f106ecb343/iso-731-7-1977>



CDU 661.732.1 : 620.1 : 543.24

Réf. n° : ISO 731/VII-1977 (F)

Descripteurs : acide formique, essai, analyse chimique, dosage, acidité, chlorure, sulfate.

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.

Avant 1972, les résultats des travaux des comités techniques étaient publiés comme recommandations ISO; ces documents sont en cours de transformation en Normes internationales. Compte tenu de cette procédure, le comité technique ISO/TC 47, *Chimie*, après examen, est d'avis que la Recommandation ISO/R 1913-1971 peut, du point de vue technique, être transformée. Le numéro 1913 a toutefois été modifié en 731/VII. La présente Norme internationale remplace donc la Recommandation ISO/R 1913-1971 à laquelle elle est techniquement identique.

Les comités membres des pays suivants avaient approuvé la Recommandation ISO/R 1913 :

Afrique du Sud, Rép. d'	Hongrie	Royaume-Uni
Allemagne	Inde	Suède
Australie	Iran	Suisse
Autriche	Israël	Tchécoslovaquie
Belgique	Japon	Thaïlande
Égypte, Rép. arabe d'	Nouvelle-Zélande	Turquie
Espagne	Pays-Bas	U.R.S.S.
France	Portugal	U.S.A.
Grèce	Roumanie	

Aucun comité membre ne l'avait désapprouvée.

Le comité membre du pays suivant a désapprouvé la transformation de la recommandation en Norme internationale :

Pays-Bas

Acide formique à usage industriel — Méthodes d'essai — Partie VII : Détermination de faibles teneurs en autres acides volatils — Méthode titrimétrique après distillation

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente partie de l'ISO 731 spécifie une méthode titrimétrique, après distillation, de détermination de faibles teneurs en acides volatils, autres que l'acide formique, de l'acide formique à usage industriel.

La méthode est applicable aux produits dont la teneur en autres acides volatils, exprimés en acide acétique, est inférieure à 0,5 % (*m/m*).

NOTE — La méthode spécifiée dans la partie III (voir l'annexe) est applicable aux acides formiques dont la teneur en autres acides, exprimés en acide acétique, est comprise entre 0,5 et 6,0 % (*m/m*). Une méthode par chromatographie gaz-liquide est actuellement envisagée.

Le présent document devra être lu conjointement avec la partie I (voir l'annexe).

2 PRINCIPE

Décomposition de la plus grande partie de l'acide formique présent dans une prise d'essai par l'acide sulfurique, et de la partie qui n'a pas encore été décomposée par l'acide chromique.

Distillation en courant de vapeur de l'acide acétique et/ou des autres acides volatils, et titrage du distillat avec une solution titrée d'hydroxyde de sodium, en présence de phénolphthaléine comme indicateur.

3 RÉACTIFS

Au cours de l'analyse, n'utiliser que des réactifs de qualité analytique reconnue, et que de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

3.1 Acide sulfurique, ρ 1,84 g/ml environ, solution à 96 % (*m/m*) ou 36 N environ.

3.2 Acide chromique, solution.

Dissoudre 100 g d'oxyde de chrome(VI) (CrO_3) dans 100 ml d'eau.

3.3 Hydroxyde de potassium, solution 1 N environ.

3.4 Hydroxyde de sodium, solution titrée 0,05 N.

3.5 Phénolphthaléine, solution à 1 g/l dans l'éthanol à 95 % (V/V).

4 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et

4.1 Appareillage pour la décomposition de l'acide formique, tel qu'il est représenté à la figure, avec des joints en verre, rodés, et composé des éléments suivants :

A — *Ballon à fond rond*, à col central et col latéral oblique, de capacité 250 ml.

B — *Barreau magnétique*, complètement enrobé de verre borosilicaté ou de polytétrafluoroéthylène (PTFE), capable de résister à l'acide sulfurique concentré à 100 °C et à l'acide chromique chaud.

C — *Bain d'eau bouillante*.

D — *Plaque chauffante électrique*, munie d'un agitateur électromagnétique.

E — *Réfrigérant à reflux*, à circulation d'eau.

F — *Tube barboteur*.

G — *Ampoule à brome*, de capacité 100 ml.

H — *Régulateur de pression*.

Le ballon (A) est relié au réfrigérant à reflux (E) et à l'ampoule à brome (G). Le réfrigérant à reflux (E) est relié par un tube en verre, au tube barboteur (F), qui est à remplir, sur 30 mm environ de profondeur, de la solution d'hydroxyde de potassium (3.3). L'ampoule à brome (G) est reliée, par un tube en caoutchouc, au régulateur de pression (H), qui est à remplir d'eau afin d'obtenir une pression suffisamment élevée pour surmonter la résistance du tube barboteur (F).

4.2 Appareil de distillation en courant de vapeur, avec ballon de distillation de capacité 1 000 ml.

5 MODE OPÉRATOIRE

5.1 Prise d'essai

Dans l'ampoule à brome (G), introduire 30 g environ de l'échantillon pour laboratoire, pesés, par différence, à 0,1 g près.

5.2 Détermination

Introduire 45 ml de la solution d'acide sulfurique (3.1) dans le ballon (A). Remplir le tube barboteur (F) de la solution d'hydroxyde de potassium (3.3) sur 30 mm environ de profondeur et remplir d'eau le régulateur de pression (H). Réunir les différents éléments de l'appareillage et chauffer sur le bain d'eau bouillante (C), tout en agitant avec l'agitateur magnétique (B/D). Ajouter la prise d'essai (5.1) dans la solution d'acide sulfurique chauffée, à la cadence de 1 goutte toutes les 3 ou 4 s, au moyen du robinet de l'ampoule à brome (G). La décomposition de l'acide formique commence, en formant du monoxyde de carbone qui passe à travers le tube barboteur.

AVERTISSEMENT — Il est essentiel qu'un dégagement efficace soit prévu entre le tube barboteur et l'air libre, à l'extérieur du laboratoire ou sous une hotte à bon tirage, afin d'assurer l'élimination complète des vapeurs toxiques de monoxyde de carbone.

Lorsque toute la prise d'essai a été ajoutée, continuer à chauffer le contenu du ballon (A), durant 15 min, sur le bain d'eau bouillante (C).

Laisse refroidir jusqu'à 50 °C environ, faire passer le contenu du tube barboteur (F) à travers le réfrigérant à reflux (E), dans le ballon (A) et rincer en utilisant 45 ml d'eau.

AVERTISSEMENT — Effectuer cette opération avec précaution, étant donné que l'on ajoute une base et de l'eau à de l'acide concentré.

Débrancher le régulateur de pression (H) de l'ampoule à brome (G) et introduire 10 ml de la solution d'acide chromique (3.2) dans l'ampoule à brome. Ajouter, goutte à goutte, cette solution dans le ballon (A), jusqu'à ce qu'il n'y ait plus de dégagement de gaz et que la coloration de la solution indique un excès sensible (5 ml environ) d'acide chromique. Chauffer le contenu du ballon, durant 15 min, sur le bain d'eau bouillante (C).

Séparer les éléments de l'appareillage, transvaser quantitativement le contenu du ballon (A) dans l'appareil de distillation en courant de vapeur (4.2) avec 50 ml d'eau en deux ou trois fractions, et distiller, par fractions de 150 ml environ, en recueillant le distillat dans des fioles coniques de 300 ml jusqu'à ce qu'il ne reste que 150 ml environ dans le ballon de distillation. Fermer les fioles et protéger leur contenu de l'absorption du dioxyde de carbone, au moyen de tubes à chaux sodée.

Laisser refroidir le contenu de chaque fiole et titrer avec la solution d'hydroxyde de sodium (3.4), en présence de quelques gouttes de la solution de phénolphtaléine (3.5).

6 EXPRESSION DES RÉSULTATS

La teneur en acides volatils, autres que l'acide formique, exprimée en pourcentage en masse d'acide acétique (CH_3COOH), est donnée par la formule

$$\frac{V \times 0,0030 \times 100}{m} = \frac{0,30 \times V}{m}$$

où
 V est le volume total, en millilitres, de la solution d'hydroxyde de sodium (3.4), utilisé pour le titrage du contenu de toutes les fioles coniques;

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai (5.1).

0,0030 est la masse, en grammes, d'acide acétique correspondant à 1 ml de solution d'hydroxyde de sodium 0,05 N exactement.

NOTE — Si la solution titrée employée n'a pas exactement la concentration prévue dans la liste des réactifs, une correction appropriée doit être appliquée.

Dimensions en millimètres

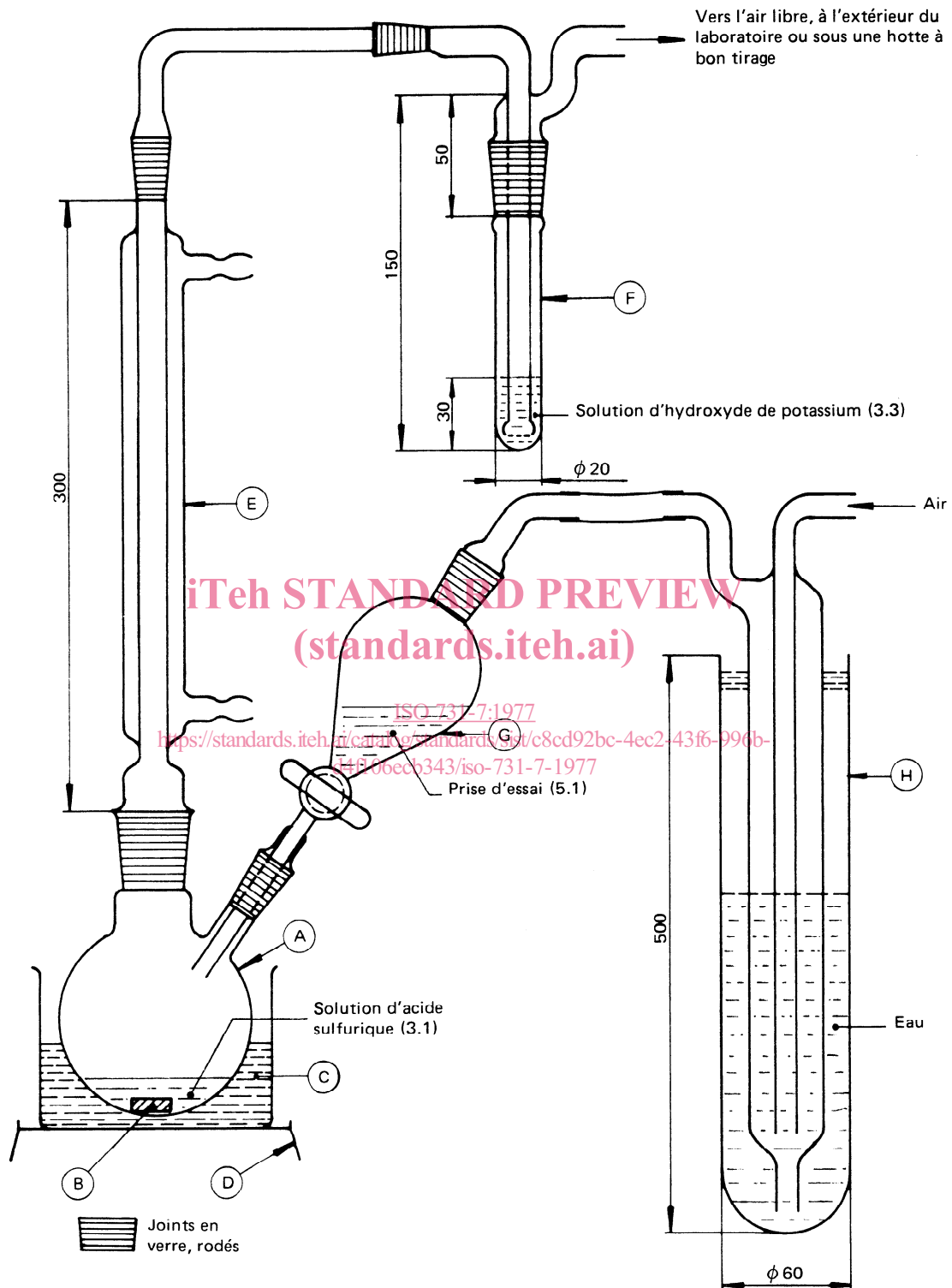


FIGURE – Appareillage pour la décomposition de l'acide formique (4.1)

ANNEXE

PUBLICATIONS ISO RELATIVES À L'ACIDE FORMIQUE À USAGE INDUSTRIEL

ISO 731/I – Généralités.

ISO 731/II – Détermination de l'acidité totale – Méthode titrimétrique.

ISO 731/III – Dosage des autres acides – Méthode potentiométrique.

ISO 731/IV – Essai visuel limite de contrôle des chlorures minéraux.

ISO 731/V – Essai visuel limite de contrôle des sulfates minéraux.

ISO 731/VI – Dosage du fer – Méthode photométrique au bipyridyle-2,2'.

ISO 731/VII – Détermination de faibles teneurs en autres acides volatils – Méthode titrimétrique après distillation.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 731-7:1977](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c8cd92bc-4ec2-43f6-996b-d4f106ecb343/iso-731-7-1977)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c8cd92bc-4ec2-43f6-996b-d4f106ecb343/iso-731-7-1977>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 731-7:1977

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c8cd92bc-4ec2-43f6-996b-d4f106ecb343/iso-731-7-1977>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 731-7:1977

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c8cd92bc-4ec2-43f6-996b-d4f106ecb343/iso-731-7-1977>