Norme internationale ISO 753/3

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

Acide acétique à usage industriel — Méthodes d'essai — Partie 3: Dosage de l'acide formique — Méthode iodométrique

Acetic acid for industrial use — Methods of test — Part 3: Determination of formic acid content — Iodometric method

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Première édition — 1983-10-15

ISO 753-3:1983
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9c01c5bd-cbcd-47aa-88f3-c942e1709c50/iso-753-3-1983

CDU 661.731 : 543 • **Réf. nº : ISO 753/3-1983 (F)**

Descripteurs : produit industriel, acide acétique, essai, dosage, acide formique, méthode iodométrique.

Prix basé sur 4 pages

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.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

La Norme internationale ISO 753/3 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 47, *Chimie*, et a été soumise aux comités membres en août 1982.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée:

ISO 753-3:1983
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9c01c5bd-cbcd-47aa-88f3-c942e1709c50/iso-753-3-1983

Allemagne, R.F.	Égypte, Rép. arabe d'	Pologne
Australie	France	Portugal
Autriche	Hongrie	Roumanie
Belgique	Inde	Sri Lanka
Canada	Italie	Suisse
Corée, Rép. de	Mexique	Tchécoslovaquie
Corée, Rép. dém. p. de	Pays-Bas	

Le comité membre du pays suivant l'a désapprouvée pour des raisons techniques:

URSS

Les Normes internationales ISO 753/1 à ISO 753/11 annulent et remplacent la Recommandation ISO/R 753-1968, dont elles constituent une révision technique.

© **Organisation internationale de normalisation, 1983** ●

Imprimé en Suisse

Acide acétique à usage industriel — Méthodes d'essai — Partie 3: Dosage de l'acide formique — Méthode iodométrique

1 Objet et domaine d'application

La présente partie de l'ISO 753 spécifie une méthode iodométrique de dosage de l'acide formique dans l'acide acétique à usage industriel.

La méthode est applicable aux produits dont la teneur en acide formique est comprise entre 0,02 et 0,35 % (m/m).

Le présent document devra être lu conjointement avec l'ISO 753/1 (voir l'annexe).

2 Principe

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

2.1 Dosage des réducteurs totaux

Oxydation de l'acide formique et d'autres réducteurs présents dans une prise d'essai par un excès de solution d'hypobromite de sodium. Détermination de l'excès d'hypobromite de sodium par iodométrie.

ISO 753-3:1983
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9c01c5bd-cbcd-47aa-88f3-c842e1709c50/iso-753-3-1983

2.2 Dosage des réducteurs autres que l'acide formique

Oxydation des réducteurs autres que l'acide formique par un excès de solution de bromure-bromate de potassium, en milieu acide. Détermination de l'excès de bromure-bromate de potassium par iodométrie.

Détermination de la teneur en acide formique à partir de la différence entre les résultats des deux dosages.

3 Réactions

$$HCOOH + NaOBr \rightarrow NaBr + CO_2 + H_2O$$

$$NaOBr + 2KI + 2HCl \rightarrow 2KCl + NaBr + H_2O + I_2$$

$$2\,Na_2S_2O_3 + I_2 \rightarrow Na_2S_4O_6 + 2\,NaI$$

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 Acide chlorhydrique, solution à 220 g/l environ.

4.2 Iodure de potassium, solution à 250 g/l environ.

4.3 Hypobromite de sodium, solution, $c(1/2\ NaOBr) \approx 0{,}1$ mol/l.

Introduire, dans une fiole jaugée de 1 000 ml, 100 ml de solution d'hydroxyde de sodium à 80 g/l, 500 ml d'eau et, prudemment, 2,8 ml de brome. Agiter jusqu'à dissolution complète, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

AVERTISSEMENT — Le brome est très toxique et cause de graves brûlures. Éviter d'en respirer les vapeurs et éviter le contact avec la peau et les yeux.

4.4 Bromure-bromate de potassium, solution $c(1/6\ KBrO_3) \approx 0{,}1$ mol/l.

Dissoudre, dans un bécher de 400 ml, 10 g de bromure de potassium et 2,78 g de bromate de potassium avec 200 ml d'eau. Transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

4.5 Thiosulfate de sodium, solution titrée, $c(Na_2S_2O_3) = 0{,}1$ mol/l.

4.6 Empois d'amidon, solution.

Triturer 1,0 g d'amidon soluble avec 5 ml d'eau et, en agitant, verser le mélange dans 100 ml d'eau bouillante. Faire bouillir durant quelques minutes et refroidir.

Renouveler cette solution après 2 semaines.

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Fioles coniques à col rodé, de capacité 500 ml, capables de résister au vide (voir la figure).

5.2 Ampoules à introduire, de capacité 100 ml, capables de résister au vide (voir la figure) et munies d'un joint rodé adaptable au col des fioles (5.1).

5.3 Pompe à vide, capable de maintenir une pression résiduelle inférieure à 100 mbar*.

5.4 Pipette à peser, de capacité 10 ml environ.

6 Mode opératoire

6.1 Dosage des réducteurs totaux

6.1.1 Prise d'essai

Peser par différence, à 0,01 g près, 10 g environ de l'échantillon pour laboratoire, au moyen de la pipette à peser (5.4).

6.1.2 Essai à blanc

Effectuer, parallèlement au dosage (6.1.3) et en suivant le même mode opératoire, un essai à blanc en employant les mêmes quantités de tous les réactifs [à l'exception de la solution de thiosulfate de sodium (4.5)] que celles utilisées pour le dosage, mais en remplaçant la prise d'essai par 10 ml d'eau.

6.1.3 Dosage

Introduire, dans l'une des fioles (5.1), 80 ml d'eau et adapter une ampoule à introduire (5.2). Faire le vide dans la fiole, au moyen de la pompe à vide (5.3), suffisant à introduire au moins 200 ml de liquide. Fermer le robinet de l'ampoule et débrancher la pompe à vide. Introduire, par l'intermédiaire de l'ampoule, 25,0 ml de la solution d'hypobromite de sodium (4.3) en utilisant deux fractions de 5 ml d'eau comme liquide de rinçage.

Introduire, de façon similaire, la prise d'essai (6.1.1) suivie de deux fractions de 5 ml d'eau comme liquide de rinçage. Agiter et laisser réagir 10 min environ à la température ambiante.

Introduire alors, par l'intermédiaire de l'ampoule, 5 ml de la solution d'iodure de potassium (4.2) suivis de 20 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.1) et agiter durant 30 s. Ouvrir le robinet pour relâcher le vide, débrancher l'ampoule, ajouter 50 ml d'eau et titrer l'iode libéré avec la solution de thiosulfate de sodium (4.5) jusqu'à ce que la coloration de la solution devienne jaune pâle. Ajouter 2 ml environ de la solution d'empois d'amidon (4.6) et poursuivre le titrage jusqu'à disparition de la coloration bleue.

6.2 Dosage des réducteurs autres que l'acide formique

6.2.1 Prise d'essai

Peser par différence, à 0,01 g près, 10 g environ de l'échantillon pour laboratoire, au moyen de la pipette à peser (5.4).

6.2.2 Essai à blanc

Effectuer, parallèlement au dosage (6.2.3) et en suivant le même mode opératoire, un essai à blanc en employant les mêmes quantités de tous les réactifs [à l'exception de la solution de thiosulfate de sodium (4.5)] que celles utilisées pour le dosage, mais en remplaçant la prise d'essai par 10 ml d'eau.

6.2.3 Dosage

Introduire, dans une autre fiole (5.1), 90 ml d'eau et 25,0 ml de la solution de bromure-bromate de potassium (4.4). Adapter une ampoule à introduire (5.2) et faire le vide dans la fiole, au moyen de la pompe à vide (5.3), suffisant à introduire au moins 200 ml de liquide. Fermer le robinet de l'ampoule et débrancher la pompe à vide. Introduire, par l'intermédiaire de l'ampoule, la prise d'essai (6.2.1) suivis de deux fractions de 5 ml d'eau comme liquide de rinçage et 10 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.1). Agiter et laisser réagir 10 min environ à la température ambiante.

Introduire alors, par l'intermédiaire de l'ampoule, 5 ml de la solution d'iodure de potassium (4.2) suivis de 50 ml d'eau. Agiter, ouvrir le robinet pour relâcher le vide, débrancher l'ampoule et titrer l'iode libéré avec la solution de thiosulfate de sodium (4.5) jusqu'à ce que la coloration de la solution devienne jaune pâle. Ajouter 2 ml environ de la solution d'empois d'amidon (4.6) et poursuivre le titrage jusqu'à disparition de la coloration bleue.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 753-3:1983
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3e0b1c5e-0bd1-45ad-88b-c942e1709c50/iso-753-3-1983

7 Expression des résultats

La teneur en acide formique, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$\left(\frac{V_0 - V_1}{m_0} - \frac{V_2 - V_3}{m_1}\right) \times c \times 0{,}023 \times 100$$

où

V_0 est le volume, en millilitres, de la solution de thiosulfate de sodium (4.5), utilisé pour l'essai à blanc (6.1.2);

V_1 est le volume, en millilitres, de la solution de thiosulfate de sodium (4.5), utilisé pour le dosage (6.1.3);

V_2 est le volume, en millilitres, de la solution de thiosulfate de sodium (4.5), utilisé pour l'essai à blanc (6.2.2);

V_3 est le volume, en millilitres, de la solution de thiosulfate de sodium (4.5), utilisé pour le dosage (6.2.3);

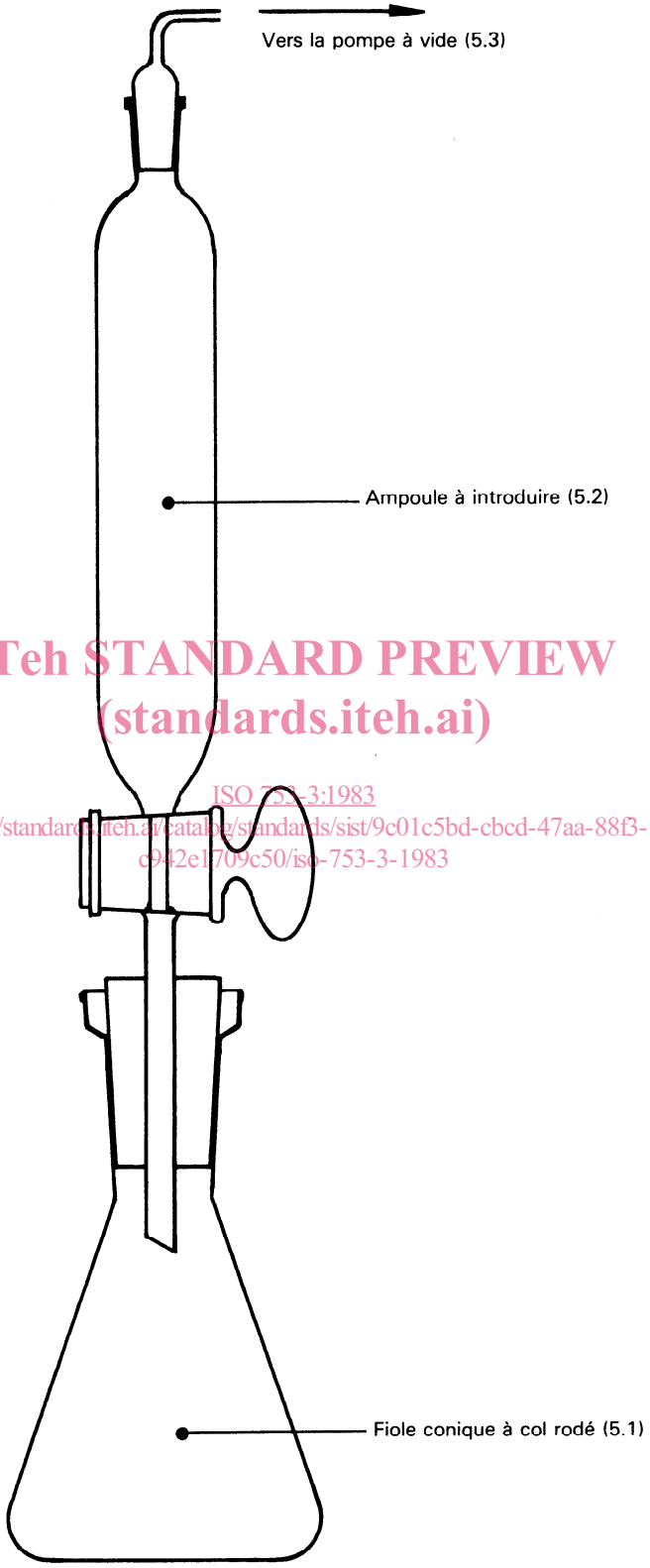
c est la concentration réelle, en moles par litre, de la solution de thiosulfate de sodium (4.5);

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai (6.1.1) prélevée pour le dosage des réducteurs totaux;

m_1 est la masse, en grammes, de la prise d'essai (6.2.1) prélevée pour le dosage des réducteurs autres que l'acide formique;

0,023 est la masse, en grammes, d'acide formique correspondant à 1,00 ml de solution de thiosulfate de sodium, $c(Na_2S_2O_3) = 1{,}000$ mol/l.

* 100 mbar = 10 kPa



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 753-3:1983
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9c01c5bd-cbcd-47aa-88f3-c942e1709c50/iso-753-3-1983

Figure — Appareillage pour le dosage de l'acide formique

Annexe

Publications ISO relatives à l'acide acétique à usage industriel

ISO 753/1 — Généralités.

ISO 753/2 — Dosage de l'acide acétique — Méthode titrimétrique.

ISO 753/3 — Dosage de l'acide formique — Méthode iodométrique.

ISO 753/4 — Dosage de l'acétaldéhyde monomère — Méthode titrimétrique.

ISO 753/5 — Dosage de l'acétaldéhyde total — Méthode titrimétrique.

ISO 753/6 — Détermination de l'indice de permanganate.

ISO 753/7 — Détermination de l'indice de dichromate.

ISO 753/8 — Essai visuel limite de contrôle des chlorures minéraux.

ISO 753/9 — Essai visuel limite de contrôle des sulfates minéraux.

ISO 753/10 — Essai visuel limite de contrôle des métaux lourds (y compris le fer).

ISO 753/11 — Dosage du fer — Méthode photométrique à la phénanthroline-1,10.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 753-3:1983
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9c01c5bd-cbcd-47aa-88f3-c942e1709c50/iso-753-3-1983

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 753-3:1983
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9c01c5bd-cbcd-47aa-88f3-c942e1709c50/iso-753-3-1983

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 753-3:1983
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9c01c5bd-cbcd-47aa-88f3-c942e1709c50/iso-753-3-1983