
NORME INTERNATIONALE



910

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

Acide sulfurique et oléums à usage industriel – Détermination de l'acidité totale et calcul de la teneur en trioxyde de soufre libre des oléums – Méthode titrimétrique

Sulphuric acid and oleum for industrial use – Determination of total acidity, and calculation of free sulphur trioxide content of oleum – Titrimetric method

ITM STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

Première édition – 1977-11-15

ISO 910:1977

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2f681542-e0c7-43c4-9456-d21f7be5d608/iso-910-1977>

CDU 661.25 : 543.241

Réf. no : ISO 910-1977 (F)

Descripteurs : acide sulfurique, analyse chimique, dosage, acidité, méthode volumétrique.

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 910-1968 peut, du point de vue technique, être transformée. La présente Norme internationale remplace donc la Recommandation ISO/R 910-1968 à laquelle elle est techniquement identique.

Les comités membres des pays suivants avaient approuvé la Recommandation ISO/R 910 :

Afrique du Sud, Rép. d'	France	Pologne
Allemagne	Hongrie	Portugal
Autriche	Inde	Roumanie
Belgique	Iran	Suisse
Brésil	Irlande	Tchécoslovaquie
Chili	Italie	Thaïlande
Cuba	Japon	Turquie
Égypte, Rép. arabe d'	Nouvelle-Zélande	U.R.S.S.
Espagne	Pays-Bas	Yougoslavie

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

Royaume-Uni

Le comité membre du Royaume-Uni a également désapprouvé la transformation de la recommandation en Norme internationale.

Acide sulfurique et oléums à usage industriel – Détermination de l'acidité totale et calcul de la teneur en trioxyde de soufre libre des oléums – Méthode titrimétrique

1 OBJET

La présente Norme internationale spécifie une méthode titrimétrique de détermination de l'acidité totale de l'acide sulfurique à usage industriel, exprimée conventionnellement en H_2SO_4 , ainsi qu'une méthode de calcul de la teneur en trioxyde de soufre libre des oléums.

2 DOMAINE D'APPLICATION

Deux cas sont prévus :

a) teneurs en H_2SO_4 égales ou inférieures à 98 % (m/m);

b) teneurs en H_2SO_4 supérieures à 98 % (m/m).

3 PRINCIPE

Oxydation d'une prise d'essai par le peroxyde d'hydrogène et titrage de l'acidité totale avec une solution titrée d'hydroxyde de sodium, en présence de rouge de méthyle comme indicateur.

4 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, neutre au rouge de méthyle.

4.1 Peroxyde d'hydrogène, solution à 60 g/l, neutre au rouge de méthyle.

4.2 Hydroxyde de sodium, solution titrée 1 N.

4.3 Rouge de méthyle, solution à 1 g/l dans de l'éthanol à 95 % (V/V).

5 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Flaçon, de capacité 500 ml environ, à col de diamètre 30 mm environ, à bouchon rodé.

5.2 Ampoule sphérique en verre, de capacité et de forme convenables, par exemple diamètre 20 mm environ, munie à une extrémité d'une tige capillaire de longueur 50 mm environ (voir, à titre d'exemple, celle qui est représentée à la figure).

5.3 Burette, graduée en 0,05 ml, conforme à l'ISO 385.

5.4 Fiole conique, de capacité 500 ml, à bouchon rodé.

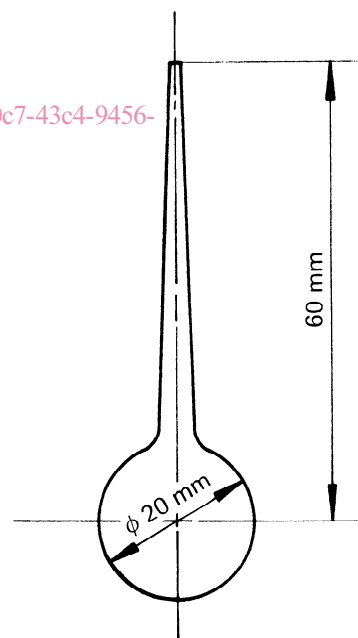


FIGURE – Ampoule sphérique

6 MODE OPÉRATOIRE

6.1 Teneurs en H_2SO_4 égales ou inférieures à 98 % (m/m)

6.1.1 Prise d'essai

Dans un vase à peser préalablement taré à 0,000 1 g près, peser, à 0,000 1 g près, 2 g environ de l'échantillon pour essai.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2f681542-e0c7-43c4-9456-2117e5d608/iso-910-1977>

6.1.2 Détermination

Transvaser quantitativement la prise d'essai (6.1.1) dans une fiole conique de 500 ml contenant 300 ml environ d'eau.

Ajouter 5 ml de la solution de peroxyde d'hydrogène (4.1), et porter et maintenir à douce ébullition durant 10 min.

Laisser refroidir, ajouter 2 gouttes de la solution de rouge de méthyle (4.3) et titrer avec la solution d'hydroxyde de sodium (4.2) jusqu'à virage du rouge au jaune.

6.2 Teneurs en H₂SO₄ supérieures à 98 % (m/m)

6.2.1 Prise d'essai

Homogénéiser soigneusement l'échantillon pour essai en agitant le récipient. Si l'acide est partiellement cristallisé, chauffer légèrement le récipient contenant l'échantillon jusqu'à fusion, puis homogénéiser soigneusement de nouveau.

Remplir presque complètement le flacon à bouchon rodé (5.1) avec l'échantillon pour essai. Chauffer légèrement sur une flamme la partie sphérique de l'ampoule en verre (5.2) préalablement tarée à 0,000 1 g près.

Plonger la tige de l'ampoule dans le flacon (5.1) contenant l'échantillon pour essai et, au cours du refroidissement de l'ampoule même, s'assurer qu'elle soit remplie aux deux tiers environ de son volume (2 à 3 ml environ).

Retirer l'ampoule et essuyer soigneusement la tige avec du papier filtre.

Sceller l'extrémité de la tige, **sans perte de verre**, à une flamme oxydante. Retirer de la flamme et laisser refroidir. Laver la tige et l'essuyer soigneusement avec du papier filtre.

Peser l'ampoule à 0,000 1 g près et calculer, par différence, la masse de la prise d'essai.

6.2.2 Préparation de la solution d'essai

Placer, avec précaution, l'ampoule contenant la prise d'essai (6.2.1) dans la fiole conique (5.4) contenant 300 ml d'eau froide, boucher la fiole et, en refroidissant, l'agiter pour casser l'ampoule contenant la prise d'essai.

Poursuivre le refroidissement et l'agitation jusqu'à l'absorption complète des vapeurs.

Retirer le bouchon, le rincer à l'eau en recevant les eaux de lavage dans la même fiole. Au moyen d'une baguette en verre, triturer les morceaux de l'ampoule, en particulier la tige capillaire, qui peut être restée entière malgré l'agitation.

Retirer la baguette de verre, la laver à l'eau en recevant toujours les eaux de lavage dans la même fiole.

Transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 500 ml, compléter au volume et homogénéiser.

6.2.3 Détermination

Prélever une partie aliquote de 100,0 ml de la solution (6.2.2) et la placer dans une fiole conique de 500 ml.

Ajouter 5 ml de la solution de peroxyde d'hydrogène (4.1), et porter et maintenir à douce ébullition durant 10 min.

Laisser refroidir, ajouter 2 gouttes de la solution de rouge de méthyle (4.3) et titrer avec la solution d'hydroxyde de sodium (4.2) jusqu'à virage du rouge au jaune.

7 EXPRESSION DES RÉSULTATS

7.1 Teneurs en H₂SO₄ égales ou inférieures à 98 % (m/m)

L'acidité totale, exprimée en pourcentage en masse d'acide sulfurique (H₂SO₄), est donnée par la formule

$$A = \frac{V \times 0,049\ 04 \times 100}{m}$$

$$= \frac{4,904\ V}{m}$$

où *V* est le volume, en millilitres, de la solution d'hydroxyde de sodium (4.2), utilisé pour le titrage;

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai (6.1.1);

0,049 04 est la masse, en grammes, d'acide sulfurique correspondant à 1 ml de solution d'hydroxyde de sodium 1 N exactement.

7.2 Teneurs en H₂SO₄ supérieures à 98 % (m/m)

7.2.1 Calcul de l'acidité totale

L'acidité totale, *A*, exprimée en pourcentage en masse d'acide sulfurique (H₂SO₄), est donnée par la formule

$$A = \frac{V \times 0,049\ 04 \times R \times 100}{m}$$

$$= \frac{4,904 \times V \times R}{m}$$

où

R est le rapport entre le volume de la solution d'essai et le volume de la partie aliquote prélevée pour la détermination;

V et *m* ont la même signification qu'en 7.1.

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

7.2.2 Calcul de la teneur en trioxyde de soufre libre des oléums

Pour calculer la teneur en trioxyde de soufre (SO_3) libre des oléums, il est nécessaire de procéder auparavant à l'évaluation

- de l'acidité totale, exprimée en SO_3 (voir 7.2.2.1);
- de l'eau combinée sous forme d'acide sulfurique (voir 7.2.2.2);
- de la teneur en acide sulfurique (voir 7.2.2.3).

7.2.2.1 ÉVALUATION DE L'ACIDITÉ TOTALE, EXPRIMÉE EN POURCENTAGE EN MASSE DE TRIOXYDE DE SOUFRE (SO_3)

L'acidité totale, B , exprimée en pourcentage en masse de trioxyde de soufre (SO_3), est donnée par la formule

$$B = A \times 0,816\ 2$$

où

A est l'acidité totale, exprimée en pourcentage en masse d'acide sulfurique (H_2SO_4) (voir 7.2.1);

0,816 2 est le facteur de conversion du H_2SO_4 en SO_3 .

7.2.2.2 ÉVALUATION DE L'EAU COMBINÉE SOUS FORME D'ACIDE SULFURIQUE (H_2SO_4)

L'eau combinée sous forme d'acide sulfurique, C , exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$C = 100 - B$$

où B est l'acidité totale, exprimée en pourcentage en masse de trioxyde de soufre (SO_3) (voir 7.2.2.1).

7.2.2.3 ÉVALUATION DE LA TENEUR EN ACIDE SULFURIQUE (H_2SO_4)

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

$$D = C \times 5,444$$

où

C est l'eau combinée sous forme d'acide sulfurique, exprimée en pourcentage en masse (voir 7.2.2.2);

5,444 est le facteur de conversion de H_2O en H_2SO_4 .

La teneur en trioxyde de soufre (SO_3) libre des oléums, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$100 - D$$

où D est la teneur en acide sulfurique, exprimée en pourcentage en masse (voir 7.2.2.3).

8 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

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

- a) référence de la méthode utilisée;
- b) résultats, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;
- c) compte rendu de tous détails particuliers éventuels relevés au cours de l'essai;
- d) compte rendu de toutes opérations non prévues dans la présente Norme internationale, ou de toutes opérations facultatives.

ANNEXE

PUBLICATIONS ISO RELATIVES À L'ACIDE SULFURIQUE ET AUX OLÉUMS À USAGE INDUSTRIEL

ISO 910 – Détermination de l'acidité totale et calcul de la teneur en trioxyde de soufre libre des oléums – Méthode titrimétrique.

ISO 911 – Évaluation de la concentration en acide sulfurique par mesurage de la masse volumique.*

ISO 912 – Dosage du dioxyde de soufre – Méthode gravimétrique à l'état de sulfate de baryum.

ISO 913 – Dosage du résidu fixe calciné – Méthode gravimétrique.

ISO 914 – Dosage de l'azote total – Méthode titrimétrique après distillation.

ISO/R 915 – Dosage du fer – Méthode spectrophotométrique au 2,2'-bipyridyle.

ISO 2363 – Dosage des oxydes d'azote – Méthode spectrophotométrique au xylénol-2,4.

ISO 2717 – Dosage du plomb – Méthode photométrique à la dithizone.

ISO 2877 – Dosage des chlorures – Méthode potentiométrique.*

ISO 2899 – Dosage de l'azote ammoniacal – Méthode spectrophotométrique.

ISO 3423 – Dosage du dioxyde de soufre – Méthode iodométrique.

ISO 5792 – Dosage de l'arsenic – Méthode photométrique au diéthylidithiocarbamate d'argent.*

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 910:1977

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2f681542-e0c7-43c4-9456-d21f7be5d608/iso-910-1977>

* Applicable uniquement à l'acide sulfurique.

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 910:1977

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2f681542-e0c7-43c4-9456-d21f7be5d608/iso-910-1977>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 910:1977

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2f681542-e0c7-43c4-9456-d21f7be5d608/iso-910-1977>