
NORME INTERNATIONALE



981

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

Hydroxyde de sodium à usage industriel — Dosage des chlorures — Méthode mercurimétrique

Première édition — 1973-02-15

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 981:1973](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/57ca41ea-cab7-4e6f-95b1-bba7b0edbb8f/iso-981-1973)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/57ca41ea-cab7-4e6f-95b1-bba7b0edbb8f/iso-981-1973>



CDU 661.322.1 : 546.132 : 543.24

Réf. N° : ISO 981-1973 (F)

Descripteurs : hydroxyde de sodium, analyse chimique, dosage, analyse volumétrique, chlorure.

AVANT-PROPOS

ISO (Organisation Internationale de Normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (Comités Membres ISO). L'élaboration de Normes Internationales est confiée aux Comités Techniques 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.

La Norme Internationale ISO 981 (précédemment Projet N° 2458) a été établie par le Comité Technique ISO/TC 47, *Chimie*.

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Elle fut approuvée en janvier 1972 par les Comités Membres des pays suivants :

ISO 981:1973

Afrique du Sud, Rép. d'	France	Pologne
Allemagne	Hongrie	Portugal
Autriche	Inde	Royaume-Uni
Belgique	Irlande	Suède
Chili	Israël	Suisse
Corée, Rép. dém. p. de	Italie	Tchécoslovaquie
Egypte, Rép. arabe d'	Nouvelle-Zélande	Thaïlande
Espagne	Pays-Bas	U.R.S.S.

Aucun Comité Membre n'a désapprouvé le document.

Cette Norme Internationale annule et remplace la Recommandation ISO/R 981-1969, *Hydroxyde de sodium à usage industriel – Dosage des chlorures – Méthode volumétrique de Volhard*.

Hydroxyde de sodium à usage industriel – Dosage des chlorures – Méthode mercurimétrique

1 OBJET

La présente Norme Internationale spécifie une méthode mercurimétrique de dosage des chlorures dans l'hydroxyde de sodium à usage industriel.

2 DOMAINE D'APPLICATION

La méthode est applicable aux produits dont la teneur en chlorure de sodium est supérieure à 0,005 % (*m/m*).

NOTE – Si l'on utilise une solution titrée de nitrate de mercure(II) 0,02 N, la méthode est applicable aux produits dont la teneur en chlorure de sodium est supérieure à 0,002 % (*m/m*).

3 PRINCIPE

Titration de l'ion Cl^- par le nitrate de mercure(II), en présence de diphenylcarbazone comme indicateur.

4 RÉACTIFS

Au cours de l'analyse, n'utiliser que de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

4.1 Acide nitrique, ρ 1,40 g/ml environ, solution à 68 % (*m/m*) ou 14 N environ, dont la teneur en chlorures, exprimée en Cl, n'est pas supérieure à 1 mg/kg.

4.2 Acide nitrique, solution 2 N environ.

4.3 Hydroxyde de sodium, solution à 7,5 % (*m/m*) ou 2 N environ.

4.4 Chlorure de sodium, solution étalon de référence, 0,05 N.¹⁾

Peser, à 0,1 mg près, 2,922 1 g de chlorure de sodium, séché au préalable pendant 1 h à 500 °C, puis refroidi dans un dessiccateur, les dissoudre dans de l'eau, dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser.

4.5 Témoin de virage

Préparer ce témoin au moment de l'emploi. Introduire, dans une fiole conique de 500 ml, 200 ml d'eau, ajouter 3 gouttes de la solution de bleu de bromophénol (4.7) et de la solution

d'acide nitrique (4.2), ajoutée goutte à goutte, jusqu'à virage du bleu au jaune. Ajouter un excès de 3 gouttes de cet acide, 0,5 à 1,0 ml de la solution de diphenylcarbazone (4.8) et, à l'aide d'une burette, le volume de la solution titrée de nitrate de mercure(II) (4.6), nécessaire pour faire virer la solution du jaune au mauve (soit 2 gouttes).

4.6 Nitrate de mercure(II), solution titrée 0,05 N.

4.6.1 Préparation de la solution

Peser, $5,43 \pm 0,01$ g d'oxyde de mercure(II) (HgO) et les dissoudre dans 10 ml de la solution d'acide nitrique (4.1), compléter le volume à 1 000 ml en fiole jaugée et homogénéiser.

Étalonner cette solution d'après le mode opératoire décrit en 4.6.2 et l'ajuster éventuellement au titre exact.

NOTE – L'opérateur capable de distinguer facilement le virage de la diphenylcarbazone utilisera avantageusement une solution titrée 0,02 N (2,18 g de HgO dans 1 000 ml, étalonnée avec une solution étalon de référence de chlorure de sodium contenant 1,168 8 g de NaCl dans 1 000 ml) afin d'augmenter la sensibilité de la méthode.

4.6.2 Étalonnage de la solution

Introduire, dans une fiole conique de 500 ml, 40,0 ml de la solution étalon de référence de chlorure de sodium (4.4), 160 ml d'eau et 3 gouttes de la solution de bleu de bromophénol (4.7). Ajouter la solution d'acide nitrique (4.2) goutte à goutte, jusqu'à virage de l'indicateur du bleu au jaune, ajouter un excès de 3 gouttes de cet acide puis un volume de la solution de diphenylcarbazone (4.8) identique à celui introduit dans le témoin de virage (4.5). Titrer le chlorure à l'aide de la solution de nitrate de mercure(II) à étalonner (4.6.1) jusqu'à égalité de teintes mauves avec le témoin de virage (4.5) et décompter le volume de la solution de nitrate de mercure(II) (4.6.1) introduit lors de la préparation de ce témoin de virage (2 gouttes).

Le titre correct est 40,00 ml.

4.7 Bleu de bromophénol, solution à 1 g/l dans l'éthanol à 95 % (V/V).

4.8 Diphenylcarbazone, solution à 5 g/l dans l'éthanol à 95 % (V/V).

1) Voir note en 4.6.1.

Conserver cette solution au réfrigérateur, et la remplacer lorsqu'elle ne donne pas un virage suffisamment net.

5 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire.

6 MODE OPÉRATOIRE

6.1 Prise d'essai

Peser, à 0,1 g près, dans un vase à peser muni de son couvercle, une masse de l'échantillon pour essai, solide ou liquide, correspondant à 20 g de NaOH.

6.2 Dosage

6.2.1 Préparation de la solution d'essai

Introduire la prise d'essai (6.1) dans une fiole conique de 500 ml. Ajouter 100 ml d'eau, puis, avec précaution, 30 ml de la solution d'acide nitrique (4.1). Refroidir à la température ambiante, introduire 3 gouttes de la solution de bleu de bromophénol (4.7) et poursuivre l'addition de la solution d'acide nitrique (4.1) jusqu'à virage du bleu au jaune. Ajouter alors de la solution d'hydroxyde de sodium (4.3) goutte à goutte jusqu'à virage au bleu puis de la solution d'acide nitrique (4.2) jusqu'à virage au jaune et enfin un excès de 3 gouttes de cet acide. Diluer à 200 ml environ.

6.2.2 Titrage

Ajouter à la solution obtenue, un volume de la solution de diphénylcarbazon (4.8) identique à celui introduit dans le témoin de virage (4.5) et titrer le chlorure à l'aide de la solution titrée de nitrate de mercure(II) (4.6) jusqu'à égalité de teintes mauves avec le témoin de virage (4.5).

NOTE — L'utilisation de conditions opératoires différentes pour l'étalonnage de la solution de nitrate de mercure(II) et pour le dosage ne se justifie que dans le cas où la teneur en chlorures à doser est faible. Il n'en serait pas de même dans le cas contraire où l'étalonnage et le dosage devraient alors être exécutés dans des conditions aussi semblables que possible.

7 EXPRESSION DES RÉSULTATS

La teneur en chlorures, exprimée en chlorure de sodium (NaCl), est donnée, en pourcentage en masse, par la formule :

$$(V_0 - V_1) \times \frac{100}{m} \times 0,002\,922 = \frac{0,292\,2 (V_0 - V_1)}{m}$$

où

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

V_0 est le volume, en millilitres, de la solution titrée de nitrate de mercure(II) (4.6) utilisé pour le titrage.

V_1 est le volume, en millilitres, de la solution titrée de nitrate de mercure(II) (4.6) utilisé pour le témoin de virage (4.5);

0,002 922 est la masse, en grammes, de chlorure de sodium correspondant à 1 ml de la solution titrée de nitrate de mercure(II) (4.6).

Exprimer le résultat avec deux décimales.

NOTE — Si l'on a utilisé les solutions 0,02 N de nitrate de mercure(II) et de chlorure de sodium, la formule devient :

$$\frac{0,116\,9 (V_0 - V_1)}{m}$$

8 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

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

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