

# ISO

ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

## RECOMMANDATION ISO

### R 1913

ACIDE FORMIQUE À USAGE INDUSTRIEL

DOSAGE DES FAIBLES TENEURS EN ACIDES VOLATILS AUTRES QUE L'ACIDE FORMIQUE  
(INFÉRIEURES À 0,5 % (m/m) EXPRIMÉES EN ACIDE ACÉTIQUE)  
MÉTHODE VOLUMÉTRIQUE

---

1<sup>ère</sup> ÉDITION

Janvier 1971

REPRODUCTION INTERDITE

Le droit de reproduction des Recommandations ISO et des Normes ISO est la propriété des Comités Membres de l'ISO. En conséquence, dans chaque pays, la reproduction de ces documents ne peut être autorisée que par l'organisation nationale de normalisation de ce pays, membre de l'ISO.

Seules les normes nationales sont valables dans leurs pays respectifs.

Imprimé en Suisse

Ce document est également édité en anglais et en russe. Il peut être obtenu auprès des organisations nationales de normalisation.



## HISTORIQUE

La Recommandation ISO/R 1913, *Acide formique à usage industriel – Dosage des faibles teneurs en acides volatils autres que l'acide formique (inférieures à 0,5 % (m/m) exprimées en acide acétique) – Méthode volumétrique*, a été élaborée par le Comité Technique ISO/TC 47, *Chimie*, dont le Secrétariat est assuré par l'Ente Nazionale Italiano di Unificazione (UNI).

Les travaux relatifs à cette question aboutirent à l'adoption du Projet de Recommandation ISO N° 1913 qui fut soumis, en février 1970, à l'enquête de tous les Comités Membres de l'ISO. Il fut approuvé, sous réserve de quelques modifications d'ordre rédactionnel, par les Comités Membres suivants :

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

Aucun Comité Membre ne se déclara opposé à l'approbation du Projet :

Ce Projet de Recommandation ISO fut alors soumis par correspondance au Conseil de l'ISO, qui décida de l'accepter comme RECOMMANDATION ISO.



## ACIDE FORMIQUE À USAGE INDUSTRIEL

**DOSAGE DES FAIBLES TENEURS EN ACIDES VOLATILS AUTRES QUE L'ACIDE FORMIQUE  
(INFÉRIEURES À 0,5 % (m/m) EXPRIMÉES EN ACIDE ACÉTIQUE)  
MÉTHODE VOLUMÉTRIQUE**

## INTRODUCTION

La présente Recommandation ISO complète la Recommandation ISO/R 731, *Acide formique à usage industriel – Méthodes d'essais*, qui décrit les méthodes suivantes :

- détermination de l'acidité totale,
- dosage des acides autres que l'acide formique (voir la Note du chapitre 1),
- essai de contrôle de la teneur en chlorures minéraux,
- essai de contrôle de la teneur en sulfates minéraux,

ainsi que la Recommandation ISO/R 1707, *Acide formique à usage industriel – Dosage du fer – Méthode photométrique au 2,2'-bipyridyle*.

Un échantillon pour laboratoire d'au moins 250 g est nécessaire pour effectuer l'ensemble des essais décrits dans les trois documents.

**1. OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION**

La présente Recommandation ISO décrit une méthode volumétrique de dosage des faibles teneurs en acides volatils autres que l'acide formique, dans l'acide formique à usage industriel.

La méthode, telle qu'elle est décrite, est applicable à un acide formique dont la teneur en autres acides exprimée en acide acétique, est inférieure à 0,5 % (m/m).

NOTE. – Une méthode applicable à l'acide formique dont la teneur en autres acides, exprimée en acide acétique, est comprise entre 0,5 et 6,0 % (m/m), est décrite dans la Recommandation ISO/R 731. Une méthode par chromatographie gaz-liquide est actuellement envisagée.

**2. PRINCIPE**

Décomposition par l'acide sulfurique concentré de la plus grande partie de l'acide formique et par l'acide chromique de la partie qui n'a pas été décomposée.

Distillation en courant de vapeur de tout l'acide acétique (ou autres acides volatils) et titrage du distillat avec une solution d'hydroxyde de sodium en présence de phénolphtaléine comme indicateur.

**3. RÉACTIFS**

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

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

- 3.2 *Acide chromique*, en solution.  
Dissoudre 100 g de trioxyde chromique ( $\text{CrO}_3$ ) dans 100 ml d'eau.
- 3.3 *Hydroxyde de potassium*, solution N.
- 3.4 *Hydroxyde de sodium*, solution titrée 0,05 N.
- 3.5 *Phénolphtaléine*, solution éthanolique à 1 g/l.  
Dissoudre 0,1 g de phénolphtaléine dans 100 ml d'éthanol à 95 % (V/V).

#### 4. APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et

- 4.1 *Appareillage pour la décomposition de l'acide formique*, tel que représenté par la Figure ci-contre, avec des joints en verre rodés, et composé des éléments suivants :
- A) *Ballon à fond rond à double col*, capacité 250 ml.
  - B) *Barre magnétique*, complètement enrobée de verre borosilicaté ou de PTFE, capable de résister à l'acide sulfurique concentré à 100° et à l'acide chromique chaud.
  - C) *Bain d'eau bouillante*.
  - D) *Plaque chauffante électrique munie d'un dispositif d'agitation magnétique*.
  - E) *Réfrigérant à reflux, à refroidissement à eau*.
  - F) *Tube barboteur*.
  - G) *Ampoule à brome*, capacité 100 ml.
  - H) *Régulateur de pression*.

Le ballon (A) est raccordé au réfrigérant (E) et à l'ampoule à brome (G). Le réfrigérant à reflux (E) est raccordé, à l'aide d'un tube de verre, au tube barboteur (F) qui est à remplir, sur 30 mm de profondeur environ, de 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 rempli d'eau pour obtenir une pression suffisamment élevée pour surmonter la résistance du barboteur (F).

- 4.2 *Appareil de distillation en courant de vapeur*, avec ballon de distillation de 1000 ml.

#### 5. ÉCHANTILLONNAGE

Suivre les prescriptions de la Recommandation ISO/R ...\*. En outre, mettre l'échantillon pour laboratoire dans un flacon en verre à bouchon rodé, étanche, de capacité telle que l'échantillon le remplisse presque complètement.

S'il a été nécessaire de sceller le récipient, il convient de prendre toutes les précautions utiles pour éviter toute contamination de son contenu.

#### 6. MODE OPÉRATOIRE

##### 6.1 **Prise d'essai**

Introduire dans l'ampoule à brome (G), 30 g environ de l'échantillon pour laboratoire, pesé par différence à 0,1 g près.

\* A l'étude.

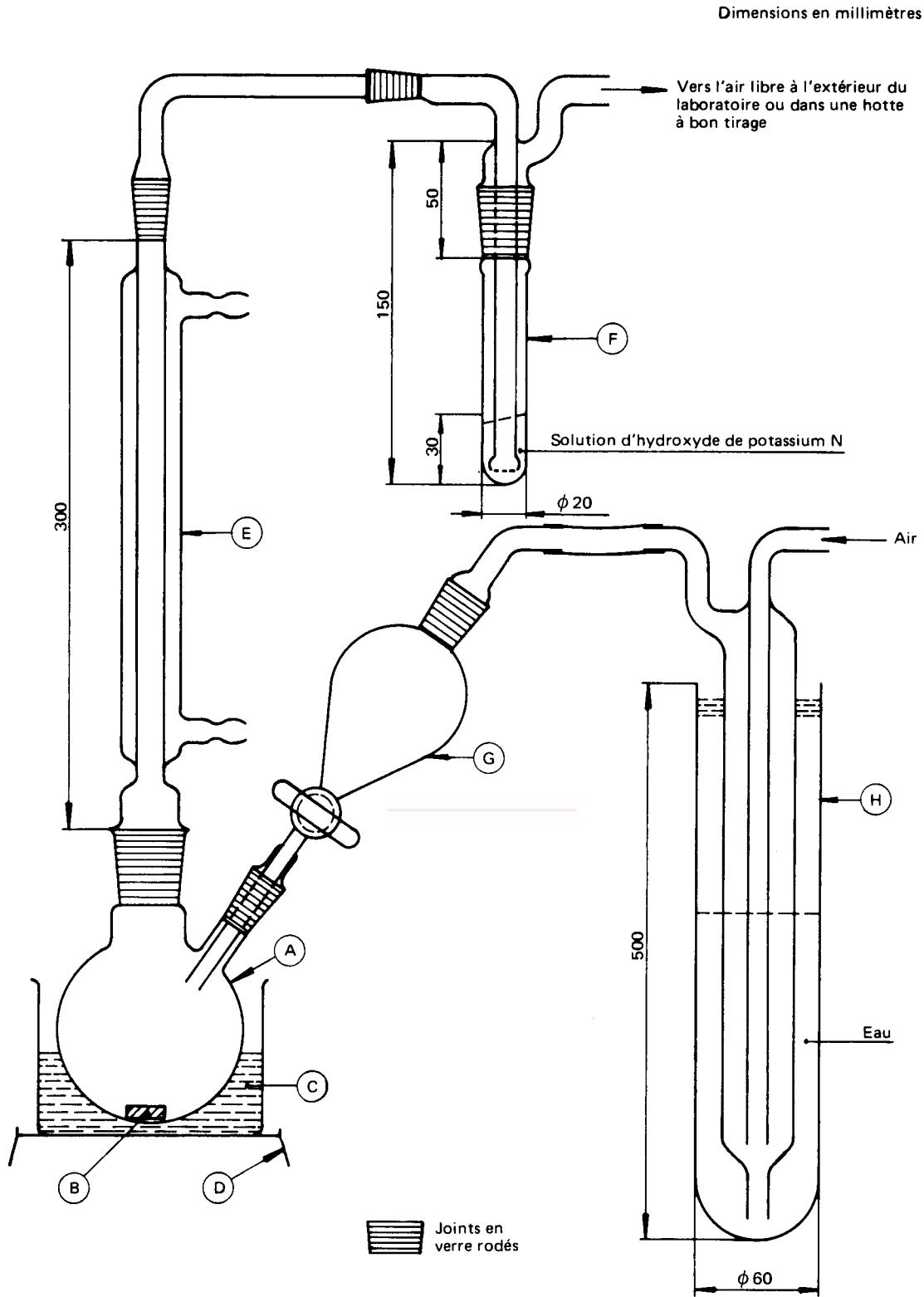


FIGURE - Appareillage pour la décomposition de l'acide formique (voir paragraphe 4.1)