
NORME INTERNATIONALE



1981

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

Acide nitrique à usage industriel – Dosage des composés nitreux – Méthode titrimétrique

Nitric acid for industrial use – Determination of nitrous compounds – Titrimetric method

Première édition – 1977-11-15

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 1981:1977](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ea2bd8ec-334a-46f3-b571-3cf42a4dbbe0/iso-1981-1977)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ea2bd8ec-334a-46f3-b571-3cf42a4dbbe0/iso-1981-1977>

CDU 661.56 : 543.24 : 546.173-325

Réf. n° : ISO 1981-1977 (F)

Descripteurs : acide nitrique, analyse chimique, dosage, composé nitreux.

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 1981-1971 peut, du point de vue technique, être transformée. La présente Norme internationale remplace donc la Recommandation ISO/R 1981-1971 à laquelle elle est techniquement identique.

ISO 1981-1971
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ea2bd8ec-334a-46f3-b571-3cf42a4dbbe0/iso-1981-1977

Les comités membres des pays suivants avaient approuvé la Recommandation ISO/R 1981 :

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

Aucun comité membre ne l'avait désapprouvée.

Aucun comité membre n'a désapprouvé la transformation de la recommandation en Norme internationale.

Acide nitrique à usage industriel – Dosage des composés nitreux – Méthode titrimétrique

1 OBJET

La présente Norme internationale spécifie une méthode titrimétrique de dosage des composés nitreux dans l'acide nitrique à usage industriel, exprimés conventionnellement en HNO_2 .

2 DOMAINE D'APPLICATION

Deux cas sont prévus :

- teneur en composés nitreux, exprimés en HNO_2 , égale ou supérieure à 0,01 % (m/m);
- teneur en composés nitreux, exprimés en HNO_2 , inférieure à 0,01 % (m/m).

3 PRINCIPE

Oxydation des composés nitreux d'une prise d'essai par un excès de solution titrée de permanganate de potassium. Ajout d'un excès de solution titrée de sulfate de fer(II) et titrage de cet excès avec une solution titrée de permanganate de potassium.

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, refroidie à 0 °C.

- Acide sulfurique**, solution 4 N environ.
- Permanganate de potassium**, solution titrée 0,1 N.
- Permanganate de potassium**, solution titrée 0,01 N.
- Sulfate de fer(II)**, solution titrée 0,1 N.
- Sulfate de fer(II)**, solution titrée 0,01 N.

5 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et

- Fioles coniques**, à bouchon rodé, de capacité 500 ml environ, à col de diamètre 30 mm environ.

- Bain de glace fondante.**

- Pipette à peser**, de capacité 60 ml environ, à bouchon rodé.

6 MODE OPÉRATOIRE

6.1 Refroidissement de l'échantillon pour essai

Refroidir l'échantillon pour essai à 0 °C environ, par immersion dans le bain de glace (5.2), durant 30 min environ.

6.2 Essai préliminaire

Déterminer, par l'essai préliminaire spécifié ci-après, si la teneur en composés nitreux, exprimés en HNO_2 , est supérieure ou inférieure à 0,01 % (m/m).

Remplir la pipette à peser (5.3) avec l'échantillon pour essai refroidi (6.1) et prélever, en pesant par différence à 0,01 g près, une prise d'essai de 20 g environ. Introduire la prise d'essai dans l'une des fioles (5.1) contenant 100 ml environ d'eau refroidie à 0 °C. Ajouter, à la solution, 20 ml de la solution d'acide sulfurique (4.1) préalablement refroidie à 0 °C et homogénéiser.

Titrer les composés nitreux avec la solution de permanganate de potassium (4.2), jusqu'à l'obtention d'une coloration rose persistant durant 1 min.

Si le volume utilisé est supérieur à 0,85 ml, effectuer le dosage comme spécifié en 6.3.2; dans le cas contraire, opérer comme spécifié en 6.3.3.

6.3 Dosage

6.3.1 Prise d'essai

Remplir la pipette à peser (5.3) avec l'échantillon pour essai refroidi (6.1) et prélever, en pesant par différence à 0,01 g près, une prise d'essai de 20 g environ.

6.3.2 Teneur en composés nitreux, exprimés en HNO_2 , égale ou supérieure à 0,01 % (m/m)

Introduire, dans l'une des fioles (5.1), 100 ml environ d'eau refroidie à 0 °C environ, 20 ml de la solution d'acide sulfurique (4.1) préalablement refroidie à 0 °C et un

volume (V_0) de la solution de permanganate de potassium (4.2) supérieur de 10,0 ml à celui qui est déterminé dans l'essai préliminaire (6.2).

Ajouter rapidement la prise d'essai (6.3.1), fermer aussitôt la fiole et agiter jusqu'à disparition totale des vapeurs (5 min environ).

Ajouter ensuite, dans la fiole, 20,0 ml de la solution de sulfate de fer(II) (4.4) et en titrer l'excès avec la solution de permanganate de potassium (4.2) jusqu'à l'obtention d'une coloration rose persistant durant 1 min (V_1).

Pour établir la correspondance entre les deux solutions titrées dans les conditions du dosage, ajouter de nouveau, dans la même fiole, 20,0 ml de la solution de sulfate de fer(II) (4.4) et les titrer avec la solution de permanganate de potassium (4.2) (V_2).

6.3.3 Teneur en composés nitreux, exprimés en HNO_2 , inférieure à 0,01 % (m/m)

Effectuer le dosage comme spécifié en 6.3.2, en utilisant les solutions de permanganate de potassium (4.3) et de sulfate de fer(II) (4.5).

7 EXPRESSION DES RÉSULTATS

7.1 Teneur en composés nitreux égale ou supérieure à 0,01 % (m/m)

La teneur en composés nitreux, exprimée en pourcentage en masse d'acide nitreux (HNO_2), est donnée par la formule

$$\frac{[(V_0 + V_1) - V_2] \times 0,002\ 35 \times 100}{m}$$

$$= \frac{0,235 [(V_0 + V_1) - V_2]}{m}$$

où

V_0 est le volume, en millilitres, de la solution de permanganate de potassium (4.2), ajouté;

V_1 est le volume, en millilitres, de la solution de permanganate de potassium (4.2), utilisé pour le premier titrage;

V_2 est le volume, en millilitres, de la solution de permanganate de potassium (4.2), utilisé pour le second titrage;

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai (6.3.1);

0,002 35 est la masse, en grammes, d'acide nitreux (HNO_2) correspondant à 1 ml de solution de permanganate de potassium 0,1 N exactement.

7.2 Teneur en composés nitreux inférieure à 0,01 % (m/m)

La teneur en composés nitreux, exprimée en pourcentage en masse d'acide nitreux (HNO_2), est donnée par la formule

$$\frac{[(V_0 + V_1) - V_2] \times 0,000\ 235 \times 100}{m}$$

$$= \frac{0,023\ 5 [(V_0 + V_1) - V_2]}{m}$$

où

V_0 est le volume, en millilitres, de la solution de permanganate de potassium (4.3), ajouté;

V_1 est le volume, en millilitres, de la solution de permanganate de potassium (4.3), utilisé pour le premier titrage;

V_2 est le volume, en millilitres, de la solution de permanganate de potassium (4.3), utilisé pour le second titrage;

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai (6.3.1);

0,000 235 est la masse, en grammes, d'acide nitreux (HNO_2) correspondant à 1 ml de solution de permanganate de potassium 0,01 N exactement.

NOTES

1 Si les solutions titrées employées n'ont pas exactement la concentration prévue dans la liste des réactifs, des corrections appropriées doivent être appliquées.

2 Si l'on désire exprimer la teneur en composés nitreux en N_2O_4 plutôt qu'en HNO_2 , il y a lieu de remplacer, dans les formules, la valeur 0,002 35 par 0,004 6 et la valeur 0,000 235 par 0,000 46.

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 NITRIQUE À USAGE INDUSTRIEL

- ISO 1980 – Détermination de l'acidité totale – Méthode titrimétrique.
- ISO 1981 – Dosage des composés nitreux – Méthode titrimétrique.
- ISO/R 1982 – Dosage du fer – Méthode photométrique au 2,2'-bipyridyle.
- ISO 1983 – Dosage du résidu fixe sulfaté – Méthode gravimétrique.
- ISO 2990 – Évaluation de la concentration en acide nitrique par mesurage de la masse volumique.
- ISO 2991 – Dosage de l'azote ammoniacal – Méthode spectrophotométrique.
- ISO 3328 – Dosage des sulfates – Méthode par réduction et titrimétrie.
- ISO 3693 – Dosage des ions chlorure – Méthode potentiométrique.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 1981:1977](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ea2bd8ec-334a-46f3-b571-3cf42a4dbbe0/iso-1981-1977>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1981:1977

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ea2bd8ec-334a-46f3-b571-3cf42a4dbbe0/iso-1981-1977>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1981:1977

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ea2bd8ec-334a-46f3-b571-3cf42a4dbbe0/iso-1981-1977>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1981:1977

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ea2bd8ec-334a-46f3-b571-3cf42a4dbbe0/iso-1981-1977>