
NORME INTERNATIONALE



2121

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

Chlore liquide à usage industriel — Dosage de l'eau — Méthode gravimétrique

Première édition — 1972-07-01
iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 2121:1972](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/70e4ad6a-e94b-4225-8f9c-0fed3e6e58c3/iso-2121-1972)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/70e4ad6a-e94b-4225-8f9c-0fed3e6e58c3/iso-2121-1972>

CDU 661.41 : 546.212

Réf. N° : ISO 2121-1972 (F)

Descripteurs : analyse chimique, chlore, gaz liquéfié, teneur en eau, analyse gravimétrique.

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 2121 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 47, *Chimie*.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Elle fut approuvée en mars 1971 par les Comités Membres des pays suivants :

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

Le Comité Membre du pays suivant a désapprouvé le document pour des raisons techniques :

U.S.A.

Chlore liquide à usage industriel — Dosage de l'eau — Méthode gravimétrique

1 OBJET

La présente Norme Internationale fixe une méthode gravimétrique de détermination de l'«eau volatile», c'est-à-dire celle qui se volatilise en même temps que le chlore provenant de la gazéification du chlore liquide à usage industriel.

2 DOMAINE D'APPLICATION

La méthode est applicable aux produits dont la teneur en eau est supérieure à 5 ppm (0,000 5 % m/m)

NOTE — Cette méthode ne doit pas être appliquée à l'analyse d'échantillons conservés dans des bouteilles susceptibles de se corroder. Le dosage de l'eau serait alors faussé par la présence de chlorure ferrique, qui est hygroscopique.

3 PRINCIPE

Absorption de l'eau par passage de l'échantillon gazéifié dans des absorbeurs tarés contenant du pentoxyde de phosphore ou du perchlorate de magnésium.

Élimination du chlore gazeux et des impuretés volatiles autres que l'eau, retenues également, par balayage des absorbeurs avec de l'air ou de l'azote sec chauffé à 80 °C.

Absorption du chlore sortant des absorbeurs dans un flacon taré, contenant une solution d'hydroxyde de sodium.

Pesée des absorbeurs et du flacon contenant la solution d'hydroxyde de sodium, pour déterminer respectivement, par différence avec les tares initiales, la masse d'eau trouvée et celle de l'échantillon mis en oeuvre.

4 RÉACTIFS

4.1 Absorbant

Utiliser au choix l'un des deux réactifs ci-après :

4.1.1 Pentoxyde de phosphore, ou

4.1.2 Perchlorate de magnésium, en tablettes ou en granules de 3 à 5 mm, afin d'éviter la prise en masse de la matière pendant l'absorption d'eau. Ce réactif ne doit pas contenir plus de deux molécules d'eau d'hydratation (c'est-à-dire 13,9 %), ce qui peut être vérifié en appliquant le mode opératoire décrit en Annexe.

Ne pas utiliser ce réactif lorsque le chlore à analyser contient des matières organiques.

4.2 Air ou azote, sec.

Il convient de sécher ces gaz par passage à travers une colonne contenant l'absorbant 4.1.1 ou 4.1.2

4.3 Hydroxyde de sodium, solution à 200 g/l ou 5 N environ.

4.4 Amidon ioduré, solution à 5 g/l, d'amidon et 150 g/l d'iodure de potassium.

4.5 Acétone.

4.6 Graisse résistant au chlore. Les graisses à base de produits fluorés ou chloro-fluorés conviennent.

5 APPAREILLAGE

L'appareillage à utiliser est schématisé à la Figure 2. Il comprend les éléments suivants :

- **Flacon (A)** contenant 2 l de la solution d'hydroxyde de sodium (4.3) et taré (pour l'absorption de l'échantillon de chlore mis en oeuvre).
- **Barboteur (C)** contenant la solution d'amidon iodurée (4.4), pour le contrôle de l'absorption du chlore.
- **Débitmètre à capillaire (D)** et manomètre différentiel (M) contenant du tétrachlorure de carbone permettant de mesurer un débit de chlore gazeux de 25 l/h. Ce dispositif peut être remplacé par un débitmètre à flotteur approprié.
- **Tube en U (E)** à bouchons rodés, rempli de laine de roche préalablement séchée à l'étuve à 110 °C pendant 1 h.
- **Filtre, (F)**, constitué d'un tube en acier fileté, d'environ 6 mm de diamètre intérieur, de 150 mm de longueur, rempli de laine de verre.
- **Flacon de garde (G)**.
- **Réchaud électrique (H)**.
- **Soupe** en verre (P) remplie de tétrachlorure de carbone.

- **Robinet** à voies en T (R1).
- **Robinet droit à une voie** (R2).
- **Serpentin** (S) en acier plongeant dans un bac d'eau chauffé à environ 80 °C par un réchaud électrique.
- **Trois tubes en U** (T1, T2, T3) à bouchons rodés, contenant du pentoxyde de phosphore (4.1.1) ou du perchlorate de magnésium (4.1.2) surmonté, dans les deux branches, par un tampon de laine de roche. Le remplissage des tubes avec le pentoxyde de phosphore doit être effectué sous courant d'azote sec, ou à l'abri de l'humidité atmosphérique. Repérer soigneusement les rodages mâle et femelle correspondants, afin d'assurer une bonne étanchéité à l'ensemble. Chaque tube chargé, pesé séparément, ne doit pas accuser une masse supérieure à 100 g. Après chaque pesée, veiller à replacer les tubes dans le même ordre et dans le même sens de passage du gaz.
- **Vanne ordinaire** (V1).
- **Vanne à pointe** en acier (V2).
- **Raccords souples**, en élastomère résistant au chlore.

6 MODE OPÉRATOIRE

MESURES DE SÉCURITÉ : LE PERSONNEL APPELÉ À MANIPULER DU CHLORE DOIT ÊTRE INSTRUIT DES RISQUES PRÉSENTÉS PAR LE PRODUIT, ET DES MESURES DE SÉCURITÉ À RESPECTER.

LE CHLORE EST UN GAZ VÉSICANT, IRRITANT, ET SUFFOCANT, SA CONCENTRATION DANS L'AIR NE DOIT PAS DÉPASSER 1 ppm (V/V), SOIT 3 mg/m³.

POUR CES RAISONS, LE PORT DE VÊTEMENTS DE PROTECTION ET DE LUNETTES EST RECOMMANDÉ, ET LE LOCAL DE TRAVAIL DOIT ÊTRE CONVENABLEMENT VENTILÉ, EN TENANT COMPTE DU FAIT QUE LE GAZ, PLUS LOURD QUE L'AIR, SE RASSEMBLE DANS LES ZONES BASSES.

EN CAS DE FUITE IMPORTANTE, SEUL LE PERSONNEL MUNI DE MASQUES APPROPRIÉS RESTERA DANS LA ZONE POLLUÉE; LA FUITE POURRA ÊTRE LOCALISÉE À L'AIDE D'UN CHIFFON IMBIBÉ D'AMMONIAQUE.

LES PERSONNES INTOXIUQUÉES PAR INHALATION DOIVENT ÊTRE RETIRÉES LE PLUS RAPIDEMENT POSSIBLE DE LA ZONE POLLUÉE, EN LEUR ÉVITANT TOUT EFFORT MUSCULAIRE; ELLES DOIVENT ÊTRE MAINTENUES AU REPOS, À L'ABRI DU FROID, ET LES PREMIERS SOINS LEUR SERONT ADMINISTRÉS AU BESOIN, EN ATTENDANT L'ARRIVÉE DU MÉDECIN. EN CAS D'ARRÊT RESPIRATOIRE, PRATIQUER LA RESPIRATION ARTIFICIELLE.

6.1 Prise d'essai

Le meilleur procédé consiste à brancher l'appareil, comprenant les absorbeurs tarés en vue du dosage, directement sur un piquage à contre-courant dans la canalisation de chlore liquide (voir Fig. 1). La prise d'essai, ainsi effectuée pendant le remplissage ou la vidange du wagon-citerne, est parfaitement représentative de la fourniture.

A la rigueur, si cette opération n'est pas possible et si l'on dispose de petites bouteilles en acier inoxydable propres et sèches, on peut prélever des échantillons pour

essais à l'aide de ces dernières, à la condition de procéder aux dosages sans délai et de les vider ensuite, puis de les nettoyer intérieurement avec soin, par balayage à l'azote sec et chaud, en vue de prélèvement ultérieurs.

6.2 Opérations préliminaires

Avant de remplir d'absorbant (4.1) les tubes T1, T2, T3, les nettoyer à l'eau puis à l'acétone (4.5), et les sécher. Après remplissage, enduire les robinets d'un peu de la graisse (4.6), et placer ces tubes absorbeurs dans l'appareillage.

Lorsque l'absorbant est utilisé pour la première fois, procéder à un conditionnement des tubes absorbeurs, en y faisant passer du chlore gazéifié à un débit de 25 l/h environ durant 2 h, afin de permettre la réaction du chlore avec certaines impuretés du réactif. Sans cette opération préliminaire, le premier résultat serait entaché d'une erreur par excès.

Manoeuvrer ensuite les robinets R1 et R2, de manière à mettre l'appareil en communication avec l'air ou l'azote, sec (4.2) et fermer les vannes d'arrivée du chlore V1 et V2. Balayer les tubes absorbeurs, durant 10 min à raison de 25 l/h, avec l'air ou l'azote, porté à 80 °C, pour éliminer les impuretés volatiles éventuelles autres que l'eau, retenues dans les tubes absorbeurs. Enlever le bain d'eau chaude et continuer le balayage encore pendant 10 min avec le même gaz à la température ambiante, puis fermer R1 et R2, déconnecter les tubes absorbeurs T1 et T2, les frotter avec un linge légèrement imbibé d'acétone pour éliminer les charges électro-statiques puis, après 2 à 3 min, les tarer séparément à 0,1 mg près.

Introduire 2 l de la solution d'hydroxyde de sodium (4.3) dans le flacon A, tarer le tout à 0,5 g près, et assembler les diverses pièces de l'appareillage.

6.3 Dosage

Ouvrir successivement les vannes V1 et V2, et tourner le robinet R1, de façon à faire passer le chlore filtré et gazéifié vers la soupape P. Après 10 min, ouvrir le robinet R2 pour admettre le chlore dans les absorbeurs, à un débit de 25 l/h déterminé par la différence du niveau n du tétrachlorure de carbone dans les deux branches du manomètre différentiel M du débitmètre D, ou par la hauteur de la bille dans le débitmètre à flotteur. Ce débit est obtenu en réglant l'ouverture des vannes et la hauteur h du tétrachlorure de carbone dans la soupape P.

Laisser ainsi passer environ 100 l de chlore dans les absorbeurs. La masse exacte est déterminée par pesée du flacon absorbeur A, avant et après le dosage.

Pendant toute la durée du dosage (4 h environ), s'assurer que le chlore est absorbé totalement. S'il en est bien ainsi, la solution d'amidon iodurée (4.4) se trouvant dans le barboteur C ne doit pas se colorer fortement en bleu.

Lorsque la quantité de chlore mise en oeuvre est jugée suffisante, fermer la vanne V1, attendre que le débit de chlore, mesuré en M, devienne nul, puis fermer la vanne V2 et

manoeuvrer le robinet R1, de manière à mettre l'appareil en communication avec l'air ou l'azote, sec (4.2).

Balayer les tubes absorbeurs, pendant 10 min à raison de 25 l/h, avec l'air ou l'azote, porté à 80 °C, pour éliminer le chlore et les impuretés volatiles éventuelles du chlore, autres que l'eau, retenues dans les tubes absorbeurs. Enlever le bain d'eau chaude et continuer encore le balayage durant 10 min avec le même gaz à la température ambiante, puis fermer les robinets R1 et R2, déconnecter les tubes, absorbeurs T1 et T2, les frotter avec un linge légèrement imbibé d'acétone, pour éliminer les charges électro-statiques puis, après 2 à 3 min, les tarer séparément à 0,1 mg près.

Normalement, l'eau est complètement absorbée dans le tube T1. Si le tube T2 accuse une augmentation de masse supérieure à 20 % de la quantité absorbée en T1, il convient de recommencer le dosage après avoir renouvelé la charge de T1 et reconditionné le tube, suivant les prescriptions du paragraphe 6.2, 2^{ème} alinéa.

L'existence du tube T3 permet de connaître, de la même façon, le moment où la charge de T2 doit aussi être renouvelée, et sert de garde complémentaire.

7 EXPRESSION DES RÉSULTATS

La teneur en eau, exprimée en g/kg, est donnée par la formule :

$$\frac{m_1 \times 1\,000}{m_0}$$

où

m_1 est la masse, en grammes, de l'eau pesée (différence de masse des absorbeurs T1 + T2, avant et après passage du chlore),

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai (différence de masse du flacon absorbeur A avant et après dosage).

Exprimer les résultats avec 2 décimales.

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 facultatives.

ANNEXE

MÉTHODE DE CONTRÔLE DU DEGRÉ D'HYDRATATION DU PERCHLORATE DE MAGNÉSIUM UTILISÉ COMME AGENT DESSÉCHANT POUR LE DOSAGE DE L'EAU DANS LE CHLORE

A.1 PRINCIPE

Mesure de l'augmentation de température résultant de la dissolution du perchlorate de magnésium dans l'eau. Détermination de la teneur en eau correspondante, en utilisant le diagramme ci-joint (Figure 3).

A.2 APPAREILLAGE

A.2.1 Vase de Dewar, argenté, d'environ 60 mm de diamètre intérieur, 100 mm de hauteur et 300 ml de capacité.

A.2.2 Thermomètre, dont l'échelle s'étend de 0 à 100 °C et dont l'échelon vaut 1 °C.

A.2.3 Bouchon en liège paraffiné, percé d'un trou pour y insérer le thermomètre, et destiné à boucher le vase de Dewar (A.2.1).

A.2.4 Cylindre en papier filtre, d'environ 40 mm de diamètre et 75 mm de hauteur, ouvert en haut, fabriqué à l'aide d'un papier filtre rectangulaire de 100 X 150 mm enroulé sur un calibre approprié, et replié vers le bas pour former le fond, le tout étant assemblé avec du papier adhésif.

A.2.5 Eprouvette, de 100 ml, graduée.

A.3 MODE OPÉRATOIRE

A.3.1 Prise d'essai

Au moment de l'emploi, peser à 0,1 g près, dans le cylindre en papier filtre (A.2.4), 20 g de perchlorate de magnésium, et fermer le cylindre en pliant le papier.

A.3.2 Dosage

Verser 75 ml d'eau dans le vase de Dewar (A.2.1). Fermer le vase avec le bouchon paraffiné (A.2.3) muni du thermomètre (A.2.2) et lire la température de l'eau lorsque l'équilibre est atteint.

Introduire le cylindre en papier filtre (A.2.4), contenant la prise d'essai (A.3.1), dans le vase de Dewar (A.2.1), et reboucher celui-ci. Agiter le vase par un léger mouvement circulaire, pour favoriser la dissolution du produit, et mesurer la température lorsque celle-ci atteint son équilibre (c'est-à-dire après 20 à 25 s).

A.4 EXPRESSION DES RÉSULTATS

Relever sur le diagramme, représenté à la Figure 3, la teneur en eau du produit, en pourcentage en masse, correspondant à l'augmentation de température observée lors de la dissolution.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2121:1972

https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/70e4d6a-e94b-4225-8f9c-1ed3e6e58c3/iso-2121-1972

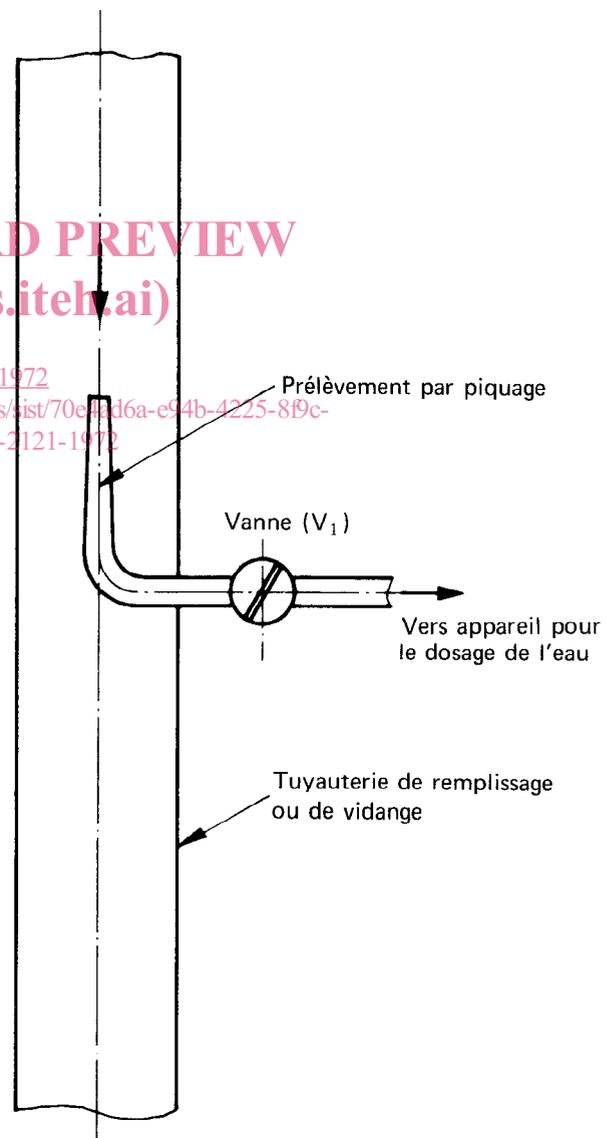
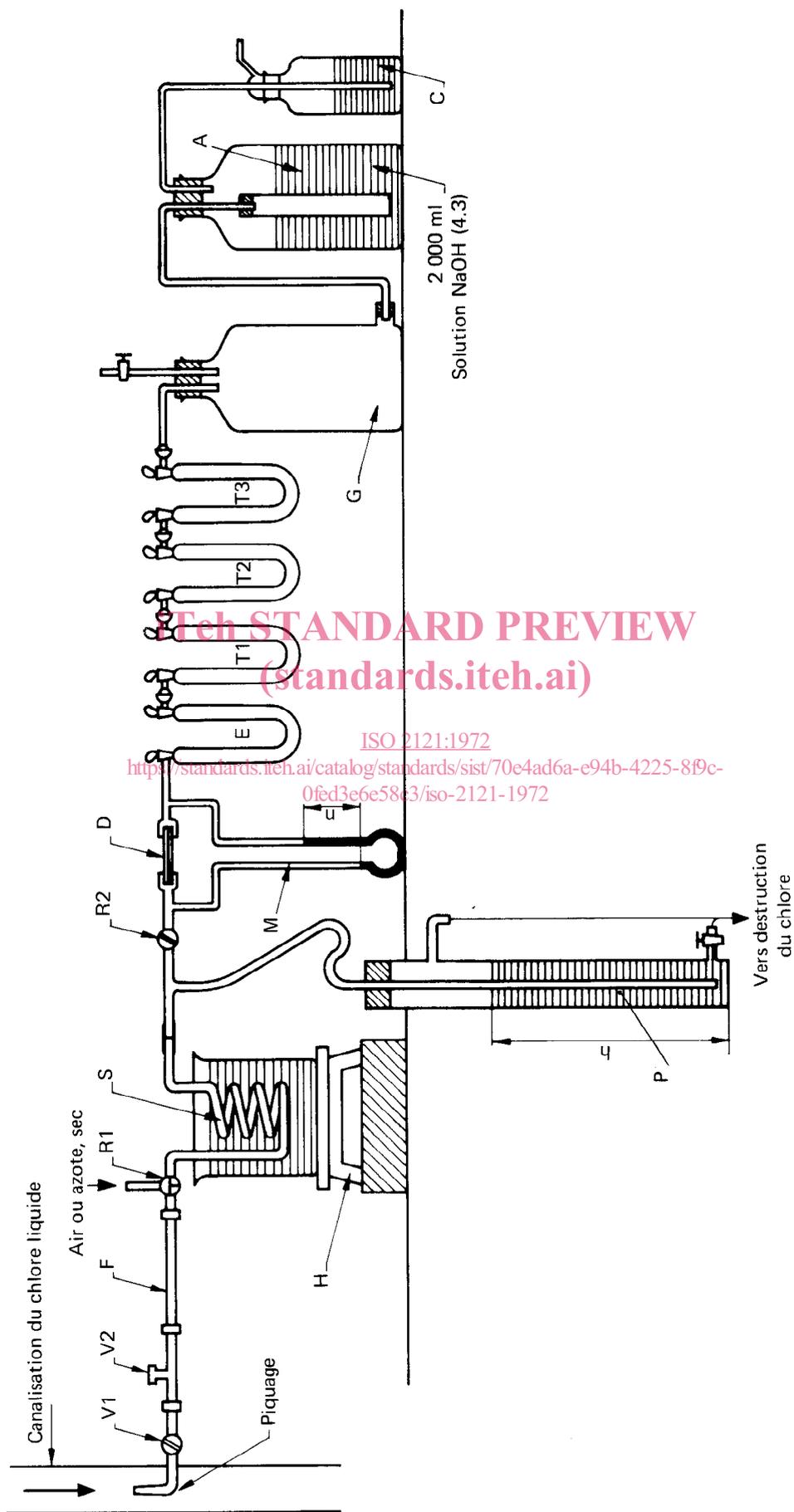


FIGURE 1 — Schéma de prélèvement par piquage dans la canalisation de remplissage ou de vidange d'un wagon-citerne



STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2121:1972

<http://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/70e4ad6a-e94b-4225-8f9c-0fed3e6e58e3/iso-2121-1972>

NOTE — Les joints rodés sont enduits de graisse (4.6)

FIGURE 2 — Schéma de l'appareillage pour le dosage de l'eau dans le chlore

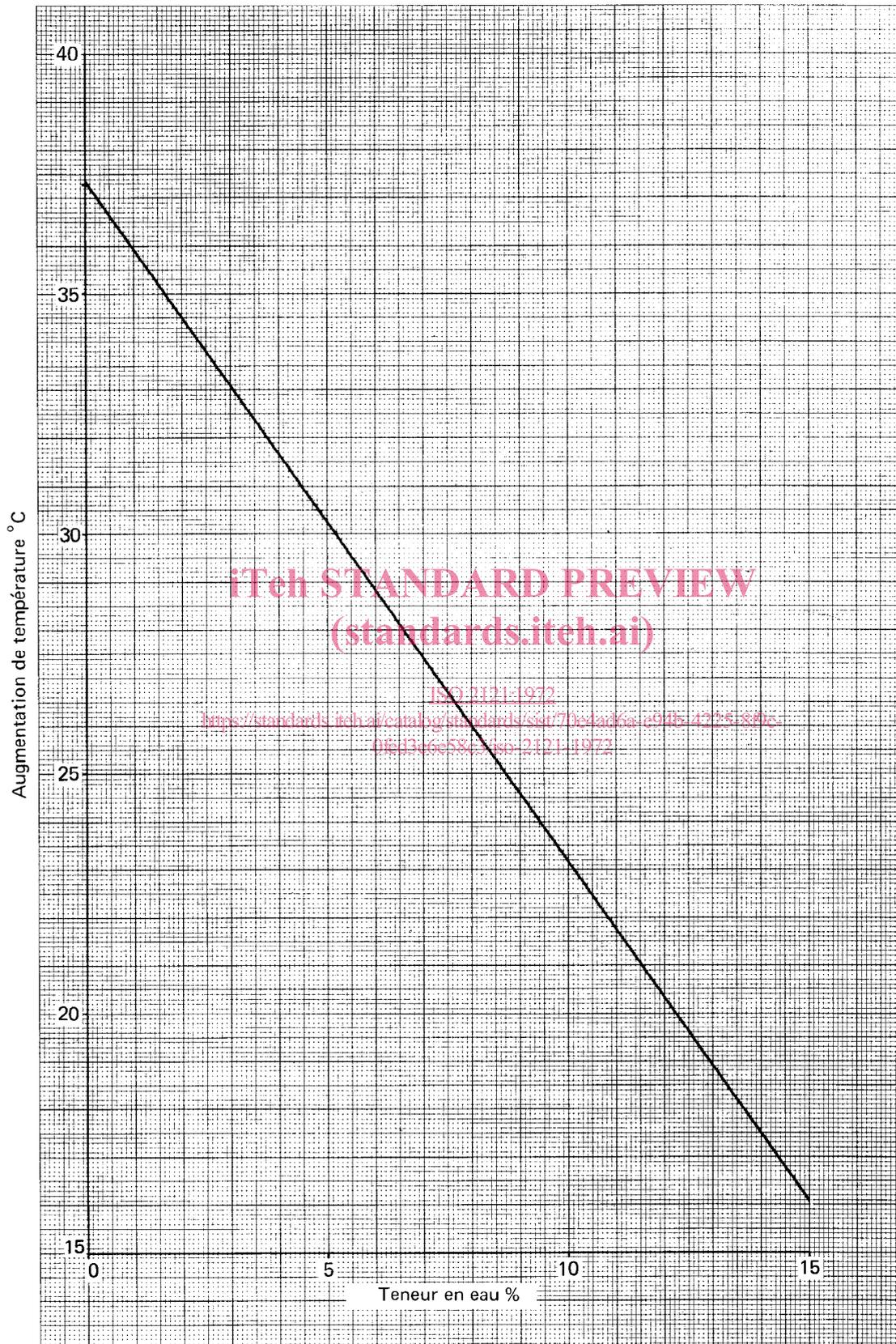


FIGURE 3 – Courbe d'étalonnage donnant la teneur en eau du perchlorate de magnésium en fonction de l'augmentation de température provoquée par sa dissolution