
NORME INTERNATIONALE 2202

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

Chlore liquide à usage industriel – Dosage de l’eau au moyen d’un doseur électrolytique

iTeh STANDARD PREVIEW
Première édition – 1972-08-01
(standards.iteh.ai)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2b258ef6-8bc7-41ba-839f-75e76834dafc/iso-2202-1972>
ISO 2202:1972

CDU 661.41 : 546.212 : 543.25

Réf. N° : ISO 2202-1972 (F)

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

Prix basé sur 5 pages

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 2202 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 47, *Chimie*.

STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

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

Afrique du Sud, Rép. d'	Hongrie	Royaume-Uni
Allemagne	Inde	Suède
Autriche	Israël	Suisse
Belgique	Italie	Turquie
Bulgarie	Nouvelle-Zélande	U.R.S.S.
Chili	Pays-Bas	U.S.A.
Egypte, Rép. arabe d'	Portugal	
France	Roumanie	

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

Pologne

Chlore liquide à usage industriel – Dosage de l'eau au moyen d'un doseur électrolytique

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie une méthode de dosage pour 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.

Cette méthode est applicable aux produits dont la teneur en eau volatile est d'au moins 10 ppm (0,001 % V/V).

2 RÉFÉRENCE

ISO/R 653, *Thermomètres de précision, sur tige, type long.*

3 PRINCIPE

Absorption en continu de l'eau contenue dans le chlore gazéifié, passant à un débit de 100 ml/min sur du pentoxyde de phosphore appliqué en couche mince sur une tige en verre formant cellule d'électrolyse grâce à deux électrodes, en platine par exemple, enroulées sur toute sa longueur.

Décomposition de cette eau, dès son absorption, par électrolyse.

Mesurage de l'intensité du courant d'électrolyse, qui est fonction de la teneur en eau.

4 RÉACTIFS ET MATÉRIAUX

4.1 Acide sulfurique, ρ 1,71 g/ml, solution à 78,5 % (m/m) ou toute autre solution d'acide sulfurique de concentration connue comprise entre 76 et 85 % (m/m).

4.2 Dessiccatif, résistant à l'action du chlore (gel de silice, par exemple).

4.3 Azote sec, ayant une teneur en eau inférieure à 10 ppm (V/V).

4.4 Graisse résistant au chlore

Les graisses à base de produits fluorés ou chloro-fluorés sont convenables.

5 APPAREILLAGE

Utiliser un appareil du commerce. Un exemple d'appareil est schématisé à la Figure 1.

Le circuit de gaz est constitué de tubes semi-capillaires en verre borosilicaté ne comportant que des joints rodés graissés à l'aide de la graisse (4.4) ou des joints en résine fluorée (à l'exclusion de raccords souples, en caoutchouc ou en matière plastique attaquant par le chlore).

Cet appareil comporte six robinets en verre avec boisseau en résine fluorée du type polytétrafluorure d'éthylène (R₁ à R₆) et un robinet semblable R, à trois voies.

Les diverses pièces constitutives sont les suivantes :

5.1 Barboteur (A), destiné au contrôle de la fidélité du doseur, contenant un volume de la solution d'acide sulfurique (4.1) suffisant pour immerger toutes les plaques en verre fritté dans les conditions de l'emploi.

5.2 Gaine thermostatique (B) entourant ce barboteur.

5.3 Thermomètre de précision, sur tige, type long (T), conforme aux prescriptions de ISO/R 653, permettant de lire à $\pm 0,1$ °C une température comprise entre 15 et 30 °C.

5.4 Flacon de garde (C).

5.5 Rotamètre (D), permettant de lire des débits de chlore gazeux compris entre 0 et 1 l/min.

5.6 Rotamètre (E), permettant de lire des débits de chlore gazeux compris entre 0 et 1 000 ml/min.

5.7 Filtre (F), en verre fritté, porosité P160 (dimension des pores 100 – 160 μ m), destiné à protéger la cellule (H).

5.8 Cellule électrolytique (H), constituée d'une tige en verre borosilicaté sur laquelle sont enroulées sur toute la longueur deux électrodes, généralement en platine, entre lesquelles est appliqué en couche mince un film de pentoxyde de phosphore. Ce tube est enfermé dans une enceinte, également en verre, protégée de l'humidité extérieure par un tube de garde garni de dessiccatif (4.2). L'ensemble doit pouvoir aisément être démonté et nettoyé en vue de la régénération de la cellule.

5.9 Micro-ampèremètre (I), à échelle variable, ayant une sensibilité maximale de 50 μ A, correspondant à environ 4 ppm (V/V) d'eau, monté de manière à pouvoir être court-circuité pendant le séchage de la cellule afin d'assurer sa protection.

5.10 Source de courant continu (K), de tension constante, ne dépassant pas 50 V. Utiliser de préférence des batteries. A défaut de celles-ci, utiliser une source alternative redressée, dont la tension alternative résiduelle est inférieure à 40 mV.

5.11 Tube de garde (G), contenant le dessiccant (4.2).

NOTE — Si le débit de gaz à contrôler n'est pas constant, il est indispensable que l'appareil comporte un régulateur de débit ou que soit intercalé dans le circuit de gaz un régulateur de pression différentielle approprié, avec corps en acier inoxydable et membrane en résine fluorée résistant au chlore.

6 MODE OPÉRATOIRE

6.1 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 CONVÉNABLEMENT VENTILÉ EN TENANT COMPTE QUE LE GAZ, PLUS LOURD QUE L'AIR, SE RASSEMBLE DANS LES PARTIES 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 INTOXIQUÉES 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 IMMÉDIATEMENT LA RESPIRATION ARTIFICIELLE.

6.2 Installation et mise en service de l'appareil

Le doseur doit être installé aussi près que possible de l'endroit où se trouve le chlore dont on désire déterminer la teneur en eau et le raccordement doit être effectué au moyen de tubes de 2 x 6 mm en résine fluorée et de joints en même matière. Une vanne d'arrêt (V) (voir Figure 1) doit être montée à l'extrémité de cette canalisation, à 200 mm environ du doseur, afin de pouvoir isoler la canalisation et d'éviter ainsi qu'elle ne prenne de l'humidité lors d'un dépannage de l'appareil.

Nettoyer d'abord parfaitement toutes les canalisations à l'eau, puis à l'acétone, afin d'en éliminer toutes les particules susceptibles de contrarier le bon fonctionnement de la cellule, puis les sécher par balayage d'azote sec (4.3), jusqu'à élimination complète de l'acétone.

Raccorder ensuite l'appareil, fermer R₁, R₃ et R₅ et ouvrir R₂, R₄ et R₆. Mettre la cellule sous une tension au plus égale à 50 V; cette valeur n'est pas critique, mais il est recommandé de ne pas la dépasser. Manœuvrer le robinet R

de façon à admettre dans le doseur de l'azote sec (4.3) à un débit de 500 à 1 000 ml/min, mesuré au rotamètre D.

Après 15 min environ, régler l'ouverture de R₄ et de R₅ de façon à faire passer une partie de l'azote dans la cellule d'électrolyse H, à un débit tel que l'intensité de courant ne dépasse pas 10 mA. Si nécessaire, diminuer ou même arrêter le débit d'azote. Régler ensuite ce débit à 100 ml/min, vérifié au rotamètre E.

Attendre jusqu'à ce que l'ampèremètre I indique une valeur correspondant à moins de 10 ppm (V/V) d'eau, soit moins de 132 µA.

NOTE — Pendant toutes ces opérations et celles qui sont décrites ci-après, veiller à ne pas refermer R₆ avant que le débit du gaz mesuré aux rotamètres ne devienne nul.

6.3 Essai de contrôle

En principe, le doseur ainsi installé ne nécessite pas d'étalonnage, puisque la méthode est basée sur l'application d'une loi physique.

En pratique toutefois, certains appareils ne fournissent pas une électrolyse quantitative et il convient de procéder à l'essai de contrôle suivant, exécuté en utilisant le chlore à analyser, après avoir ajusté la teneur en eau par barbotage préalable dans une solution d'acide sulfurique de concentration et de température connues.

Réduire le débit total de gaz à un peu plus de 100 ml/min, vérifié au rotamètre D, ouvrir R₁ et R₃ et fermer R₂, de façon à envoyer le gaz dans le barboteur renfermant la solution d'acide sulfurique (4.1).

Ouvrir ensuite R₅ et fermer partiellement R₄, afin d'envoyer exactement 100 ml/min de gaz, mesuré au rotamètre E, dans la cellule d'électrolyse H.

Noter l'intensité du courant électrique lorsqu'elle n'a plus varié pendant au moins 10 min, ainsi que la température indiquée au thermomètre T.

La teneur en eau trouvée doit être, à 10 % près en valeur relative, celle indiquée au diagramme de la Figure 2 pour la concentration et la température de la solution d'acide sulfurique (4.1) contenue dans le barboteur A.

6.4 Dosage

L'appareil étant installé et séché selon les indications de 6.2, fermer R₁, R₃ et R₅ et ouvrir R₂, R₄ et R₆, puis manœuvrer la vanne V et le robinet R de façon à admettre dans l'appareil le chlore à analyser au débit de 500 à 1 000 ml/min pendant 15 min environ.

Ouvrir avec précaution R₅ et fermer partiellement R₄ pour faire passer le chlore à analyser dans la cellule H à une température de 20 ± 2 °C et à un débit tel que l'intensité de courant ne dépasse pas 10 mA. Si nécessaire, diminuer ou même arrêter le débit de chlore au début et faire passer un peu d'azote sec (4.3) dans le doseur avant de l'y admettre de nouveau.

Régler alors le débit de chlore passant par la cellule à 100 ml/min, vérifié au rotamètre E.

Noter l'intensité du courant lorsqu'elle n'a plus varié pendant au moins 10 min.

6.5 Vérification du bon fonctionnement de l'appareil

Deux types de facteurs peuvent altérer le bon fonctionnement de la cellule au pentoxyde de phosphore.

6.5.1 Ceux qui provoquent un court-circuit entre les électrodes et mettent de ce fait la cellule hors service.

Il s'agit le plus souvent de très fines particules en matière conductrice, non retenues par le filtre (5.7) ou introduites accidentellement lors du montage.

Il convient alors de remplacer la cellule ou de la nettoyer et de la régénérer en se conformant aux prescriptions du constructeur.

6.5.2 Ceux qui provoquent lentement l'empoisonnement du pentoxyde de phosphore entraînant progressivement une sensibilité moindre, une vitesse de réponse plus faible et des résultats déficitaires.

Ils comprennent des impuretés gazeuses ou liquides entraînées par le chlore et susceptibles de réagir avec le pentoxyde de phosphore ou d'être adsorbées à sa surface en réduisant ainsi l'efficacité de la cellule.

Il convient donc de contrôler de temps en temps le bon fonctionnement du doseur en s'assurant que les conditions suivantes sont satisfaites.

6.5.2.1 La teneur en eau trouvée, lorsque le débit de chlore est réduit de moitié, est la moitié de la valeur initiale, avec un écart relatif maximal de 10 %. Si la valeur lue est nettement supérieure à la moitié de celle-ci, il peut s'agir d'une infiltration accidentelle d'eau dans l'appareillage.

6.5.2.2 L'aiguille du micro-ampèremètre revient toujours aux environs du zéro lorsqu'on coupe le débit de chlore pendant 30 min environ, puis à sa valeur initiale, à 10 % près en valeur relative, lorsqu'on rétablit ce débit.

6.5.2.3 L'aiguille du micro-ampèremètre revient à sa valeur initiale, à 10 % près en valeur relative, après rétablissement de l'équilibre, lorsque le courant d'électrolyse a été coupé, puis rétabli après 3 à 5 min.

Lorsque les résultats de ces contrôles ne sont pas satisfaisants, il convient de remplacer la cellule ou de la nettoyer et de la régénérer en se conformant aux prescriptions du constructeur.

7 EXPRESSION DES RÉSULTATS

Dans la pratique, il est commode de graduer directement le micro-ampèremètre en ppm d'eau.

Le calcul de cette teneur en eau, en fonction de l'intensité de courant trouvée, s'effectue d'après les données suivantes :

96 500 coulombs correspondent à 1 équivalent-gramme d'eau;

96,5 coulombs correspondent à 1 équivalent-milligramme d'eau;

$96,5 \times 2 = 193$ coulombs correspondent à 1 molécule-milligramme d'eau.

Il en résulte que

1 coulomb correspond à l'électrolyse de $\frac{18,016}{193} = 0,0933$ mg

d'eau, ou de $\frac{24,3}{193} = 0,1258$ ml de vapeur d'eau à 20 °C et 760 mm Hg.

Si le chlore passe dans la cellule à un débit de 100 ml/min, soit $\frac{100 \times 10^{-6}}{60}$ m³/s, un courant de 1 µA correspondrait à des teneurs en eau dans ce gaz données ci-après :

$$0,1258 \times \frac{60}{100 \times 10^{-6}} \times 10^{-6} = 0,0755 \text{ ml/m}^3 \text{ ou ppm (V/V);}$$

$$0,0933 \times \frac{60}{100 \times 10^{-6}} \times 10^{-6} = 0,0560 \text{ mg/m}^3;$$

$$0,0933 \times \frac{60}{100 \times 10^{-6}} \times 10^{-6} \times \frac{1}{2,99} = 0,0187 \text{ mg/kg ou ppm (m/m);}$$

2,99 étant la masse volumique du chlore gazeux, en kilogrammes par mètre cube, dans les conditions du dosage, c'est-à-dire à 20 °C et sous 760 mmHg.

NOTE — Pour se rendre compte de la sensibilité de la méthode, il est à noter que

$$1 \text{ ml/m}^3, \text{ ou } 1 \text{ ppm (V/V) correspond à une intensité de } \frac{1}{0,0755} = 13,24 \text{ } \mu\text{A;}$$

$$1 \text{ mg/m}^3 \text{ correspond à une intensité de } \frac{1}{0,0560} = 17,9 \text{ } \mu\text{A;}$$

$$1 \text{ mg/kg ou } 1 \text{ ppm (m/m) correspond à une intensité de } \frac{1}{0,0187} = 53,5 \text{ } \mu\text{A.}$$

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.

Dimensions en millimètres

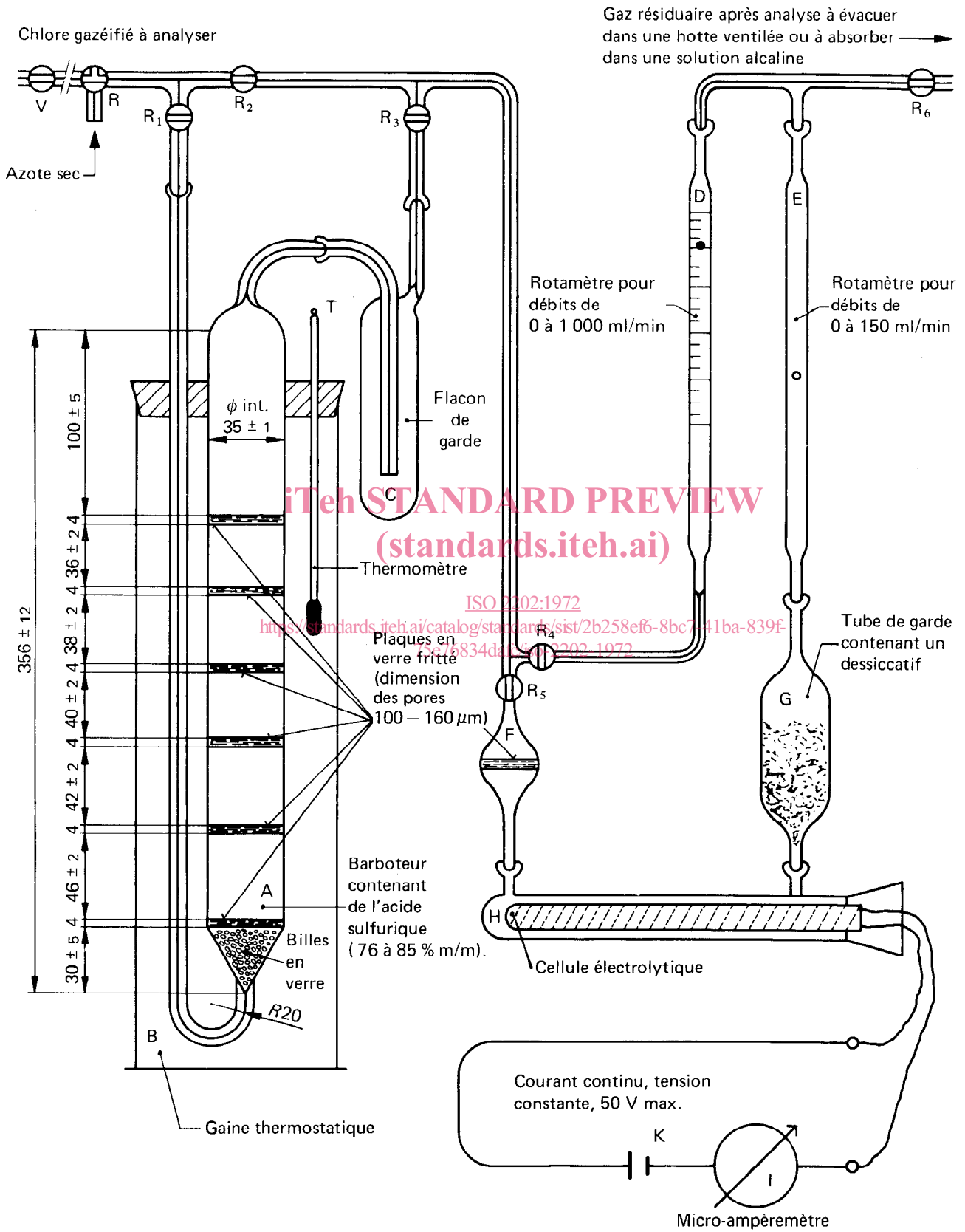


FIGURE 1 – Exemple de doseur électrolytique

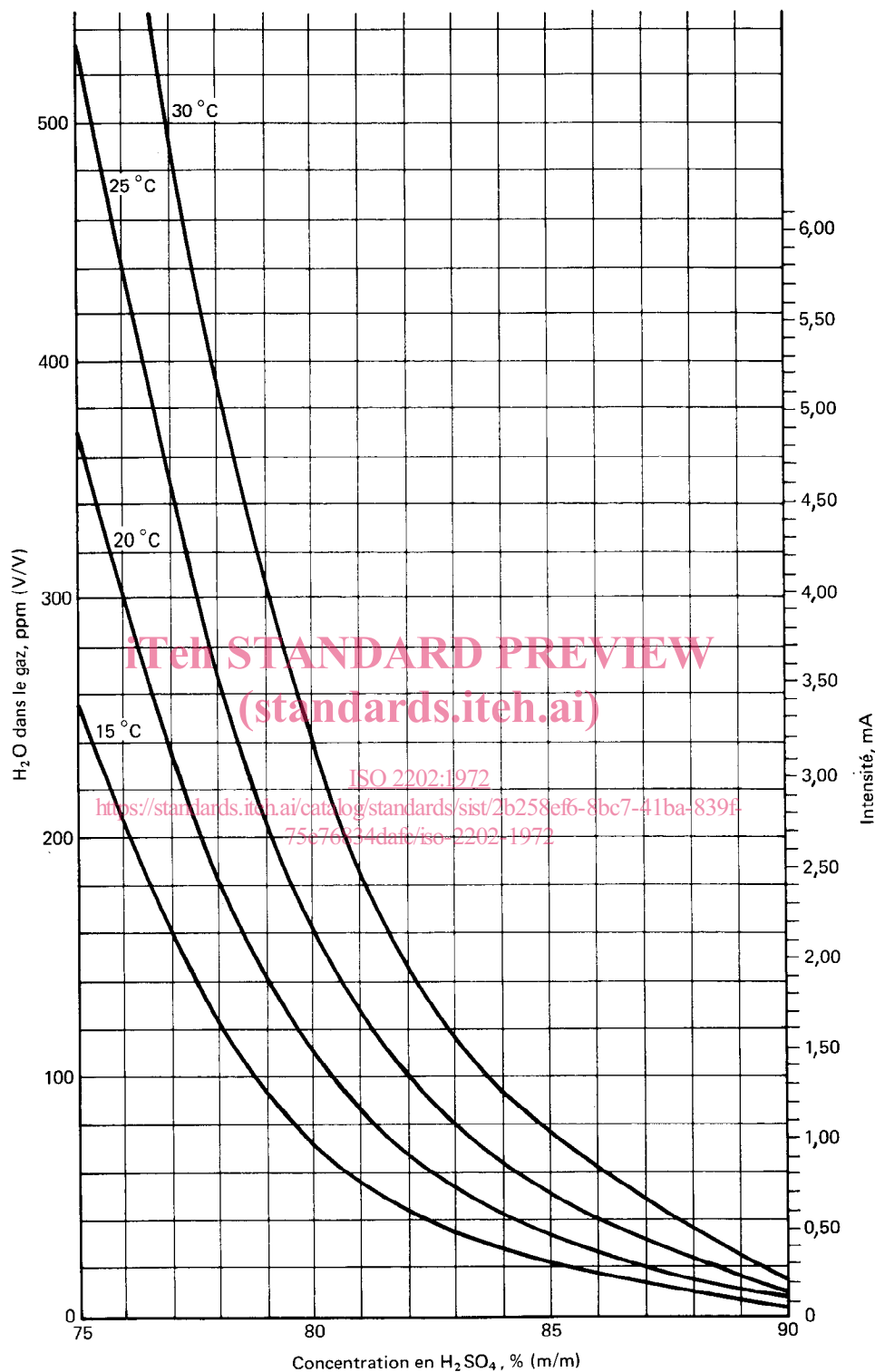


FIGURE 2 – Diagramme d'équilibre donnant la teneur en eau du chlore ayant barboté dans l'acide sulfurique, en fonction de la concentration et de la température de cet acide

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2202:1972

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2b258ef6-8bc7-41ba-839f-75e76834dafc/iso-2202-1972>