
NORME INTERNATIONALE



2866

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

Soufre à usage industriel — Dosage du carbone total — Méthode titrimétrique

Sulphur for industrial use — Determination of total carbon content — Titrimetric method

Première édition — 1974-11-01

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 2866:1974](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/18fffd09-e101-4ba4-8b1e-086b76a31da1/iso-2866-1974)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/18fffd09-e101-4ba4-8b1e-086b76a31da1/iso-2866-1974>

CDU 661.21 : 546.26 : 543.24

Réf. N° : ISO 2866-1974 (F)

Descripteurs : soufre, analyse chimique, dosage, carbone, méthode volumétrique.

AVANT-PROPOS

L'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 2866 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 47, *Chimie*, et soumise aux Comités Membres en septembre 1974.

Elle a été approuvée par les Comités Membres des pays suivants :

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

Cette Norme Internationale a également été approuvée par l'Union Internationale de Chimie Pure et Appliquée (IUPAC).

Aucun Comité Membre n'a désapprouvé le document.

Soufre à usage industriel – Dosage du carbone total – Méthode titrimétrique

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie une méthode de dosage du carbone total dans les soufres à usage industriel.

Deux variantes titrimétriques sont prévues pour le titrage final :

- une méthode potentiométrique;
- une méthode visuelle.

2 PRINCIPE

Combustion du soufre dans un courant d'oxygène.

Oxydation et fixation des gaz de dioxyde et trioxyde de soufre dans des solutions d'acides chromique et sulfurique.

Absorption du dioxyde de carbone formé dans une solution d'hydroxyde de baryum, suivie, soit d'un titrage potentiométrique, soit d'un titrage visuel en retour, en présence de phénolphthaléine et d'indicateur mixte méthylorange-xylène cyanol FF.

3 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.

3.1 Oxygène pur (exempt de CO_2), en bouteille munie d'un détendeur.

3.2 Azote pur (exempt de CO_2), en bouteille munie d'un détendeur.

3.3 Oxyde de chrome (VI) (CrO_3), solution à 500 g/l.

3.4 Acide sulfurique, ρ 1,84 g/ml environ, solution à 96 % (m/m) environ.

3.5 Amiante sodé

3.6 Amiante platiné, contenant 5 à 10 % de platine.

3.7 Peroxyde d'hydrogène, solution à 60 g/l environ (20 volumes).

3.8 Hydroxyde de baryum, solution 0,05 N fraîchement préparé, contenant quelques gouttes de la solution de phénolphthaléine (3.12).

Cette solution doit être protégée du dioxyde de carbone atmosphérique par un piège contenant de l'amiante sodé.

3.9 Acide chlorhydrique, solution titrée 0,05 N.

3.10 Hydroxyde de sodium, solution titrée 0,05 N.

3.11 Indicateur mixte méthylorange-xylène cyanol FF.

Dissoudre 0,25 g de méthylorange et 0,15 g de xylène-cyanol FF dans 50 ml d'éthanol à 95 % (V/V).

3.12 Phénolphthaléine, solution éthanolique à 10 g/l.

Dissoudre 1 g de phénolphthaléine dans 60 ml d'éthanol à 95 % (V/V) et amener à 100 ml avec de l'eau.

4 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et

4.1 Appareil de combustion et d'absorption, assurant une combustion complète et contrôlée. Un exemple d'appareil convenable est donné à la figure 1. Cet appareil, dont les joints sont sphériques et lubrifiés à l'acide sulfurique, comporte :

4.1.1 Soupape à mercure (A), munie d'un tube intérieur plongeant à 1 cm au-dessous de la surface du mercure.

4.1.2 Trois tubes en U, (B_1 , B_2 , B_3), munis de tubulures latérales et de bouchons rodés de 150 mm de hauteur et 15 mm de diamètre.

4.1.3 Débitmètre (C), permettant de mesurer un débit d'oxygène de 20 à 200 ml/min.

4.1.4 Tube de combustion (D) en silice transparente, de 60 cm de longueur, d'un diamètre extérieur 15 mm, réduit à une extrémité, sur une longueur de 15 mm, à un diamètre extérieur de 4 mm.

4.1.5 Four (E), capable de maintenir une température de 800 à 900 °C pendant la combustion.

4.1.6 Four (F), capable de maintenir une température de 400 à 450 °C pendant la combustion.

4.1.7 Six flacons laveurs de Drechsel (G_1 à G_6), de 250 ml, dont deux (G_5 et G_6) sont de forme haute et ont un large col (environ 45 mm de diamètre).

4.1.8 Nacelles pour la combustion, en silice ou en argile, exemptes de carbone.

Pour le titrage potentiométrique (voir figure 2) :

4.2 Burette de 10 ml, graduée en 0,05 ml.

4.3 Potentiomètre, avec électrodes verre-calomel.

4.4 Agitateur électromagnétique.

5 MODE OPÉRATOIRE

5.1 Prise d'essai

Peser, à 0,01 g près, dans une nacelle (4.1.8) 1 à 1,5 g de l'échantillon pour essai non séché et de granulométrie inférieure à 250 μm .

5.2 Préparation de l'appareil

Garnir les tubes B_1 et B_3 (4.1.2) d'amiante sodé (3.5) surmontée de tampons de laine de verre. Garnir, sans tasser, de laine de verre, le tube B_2 (4.1.2).

NOTE — S'il se produit, pendant la détermination, une telle quantité de vapeur d'acide qu'elle neutralise entièrement l'hydroxyde de baryum, répéter l'opération en utilisant un filtre de verre fritté, de porosité comprise entre 15 et 40 μm , à la place du tube B_2 garni de laine de verre.

Laisser les robinets des tubes en U (4.1.2) fermés jusqu'à ce qu'il soit nécessaire de les ouvrir.

Introduire au moins 50 ml de la solution d'oxyde de chrome(VI) (3.3) dans le flacon G_2 (4.1.7), et au moins 50 ml de la solution d'acide sulfurique (3.4) dans les flacons G_3 et G_4 (4.1.7).

Garnir le tube de combustion D (4.1.4) d'amiante platiné (3.6), sur une longueur légèrement inférieure à celle de la zone de chauffe du four (4.1.6).

Raccorder les différentes parties de l'appareillage de combustion comme indiqué sur la figure 1.

5.3 Préparation du dispositif d'absorption

Déplacer tout l'air contenu dans les flacons absorbeurs (4.1.7), par passage d'oxygène (3.1). Introduire 20 ml de la solution d'hydroxyde de baryum (3.8) dans chacun des flacons G_5 et G_6 (4.1.7), et ajouter une certaine quantité d'eau pour obtenir un bouillonnement convenable des gaz. Effectuer ces opérations aussi rapidement que possible, en prenant soin d'éviter toute absorption de dioxyde de carbone atmosphérique. Ajouter 5 ml de la solution de peroxyde d'hydrogène (3.7) dans chaque flacon, dans le but d'oxyder tout sulfite pouvant se former. Raccorder les flacons laveurs à l'appareil.

5.4 Combustion

Allumer le four F (4.1.6), et faire passer l'oxygène (3.1) dans l'appareil, à un débit d'environ 100 ml/min.

Environ 30 min après que le four F (4.1.6) a atteint la température désirée de 400 à 450 °C, connecter le dispositif d'absorption (préparé comme décrit en 5.3). Brancher le four E (4.1.5), et effectuer l'opération de chauffage comme décrite ci-dessous, durant 30 min. Doser le dioxyde de carbone (essai à blanc) comme décrit en 5.5.1 (titrage potentiométrique) ou 5.5.2 (titrage visuel). Répéter l'opération jusqu'à obtention d'un blanc négligeable, équivalant à moins de 0,2 ml de la solution d'hydroxyde de baryum (3.8).

Pendant que le four F (4.1.6) est en train de chauffer, peser la prise d'essai (5.1) dans une nacelle (4.1.8). Fixer le dispositif d'absorption (5.3) et introduire la nacelle dans la partie froide du tube de combustion D (4.1.4) qui est en face du four E (4.1.5).

En amenant lentement le four E (4.1.5) vers la nacelle, chauffer graduellement le contenu de celle-ci en brûlant seulement le soufre de façon que les traces de matières carbonées demeurent dans la nacelle et à l'intérieur du tube de combustion D. Si cette combustion est trop rapide, la solution d'oxyde de chrome(VI) (3.3) dans le flacon laveur G_2 peut être aspirée; si ceci a tendance à se produire, augmenter le débit d'oxygène autant que nécessaire. Si le soufre se sublime à l'extérieur de la nacelle et se condense entre celle-ci et l'amiante platiné, déplacer le four E (4.1.5) de façon à obtenir la combustion complète du soufre.

Quand la combustion lente du soufre s'est effectuée de cette façon, ramener le four E (4.1.5) à sa position originale (si nécessaire) et augmenter la température jusqu'à 800 à 900 °C. Chauffer le tube et la nacelle qu'il contient, pour brûler le carbone résiduaire et décomposer les carbonates présents dans la prise d'essai.

Avant d'éteindre les fours E et F faire passer dans le tube un courant d'oxygène durant 30 min (purge de l'appareil).

NOTE — L'opération de combustion décrite ci-dessus est destinée à transformer le soufre en dioxyde de soufre, lequel est oxydé et absorbé par la solution d'acide chromique. En même temps, les matières carbonées et carbonates éventuels sont transformés en dioxyde de carbone. Celui-ci se dégage avec l'oxygène en excès du flacon G_4 , et est absorbé dans les flacons G_5 et G_6 .

5.5 Dosage du dioxyde de carbone dégagé

Quand tout le dioxyde de carbone a été absorbé (la fin de la purge de l'appareil se constate facilement en observant la fin de précipitation dans les flacons laveurs), déconnecter les flacons laveurs G_5 et G_6 .

Débrancher et rincer, avec le minimum d'eau, le tube à dégagement de chaque flacon laveur, en réunissant la solution de lavage à la solution d'absorption.

Doser alors séparément, sur chacun des deux flacons laveurs, le dioxyde de carbone absorbé, en suivant l'un des deux titrages décrits ci-après.

5.5.1 Titration potentiométrique

Introduire, dans le flacon laveur, un barreau ferromagnétique, le couple d'électrodes verre-calomel, l'extrémité de la burette (4.2) et un petit tube d'amenée d'azote. Faire passer, sur la solution, un courant d'azote (3.2), qui sera maintenu durant le titrage.

Placer sous l'ensemble l'agitateur électromagnétique (4.4) et tracer la courbe de titrage potentiométrique en titrant par la solution titrée d'acide chlorhydrique (3.9) jusqu'à ce que la solution atteigne un pH voisin de 3.

Au voisinage des deux points d'inflexion de la courbe (pH 9 à 6 et 4,5 à 3), effectuer les ajouts de la solution titrée d'acide chlorhydrique (3.9) 0,05 ml par 0,05 ml et tracer la courbe potentiométrique dérivée $\frac{\Delta E}{\Delta V} = f(V)$, pour en déduire les deux points d'équivalence.

Effectuer un titrage à blanc dans les mêmes conditions à partir d'un même volume de solution d'absorption.

5.5.2 Titration visuelle

Faire passer sur la solution à titrer, de l'azote (3.2) en un courant qui sera maintenu durant le titrage.

Neutraliser, avec la solution d'acide chlorhydrique (3.9) en présence de la solution de phénolphthaléine (3.12). Mélanger la solution énergiquement et prendre le plus grand soin de ne pas dépasser le point final.

Ajouter ensuite dans chaque flacon quelques gouttes de la solution de l'indicateur mixte (3.11) et un excès mesuré (V_1 ml) de la solution titrée d'acide chlorhydrique (3.9). Bien agiter, et titrer en retour à l'aide de la solution titrée d'hydroxyde de sodium (3.10).

6 CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS

6.1 Titration potentiométrique

Calculer, en premier lieu, pour chaque flacon laveur G_5 et G_6 , la valeur de V_0 , qui est le volume, en millilitres, de la solution titrée d'acide chlorhydrique (3.9) correspondant à la neutralisation de CO_3 , par la formule

$$V_0 = (V_2 - V_1) - (V_3 - V_4)$$

où

V_1 est le volume, en millilitres, de la solution titrée d'acide chlorhydrique (3.9) versé jusqu'au premier point d'équivalence de la courbe de titrage de l'essai réel;

V_2 est le volume, en millilitres, de la solution titrée d'acide chlorhydrique (3.9) versé jusqu'au deuxième point d'équivalence de la courbe de titrage de l'essai réel;

V_3 et V_4 sont les volumes, en millilitres, de la solution titrée d'acide chlorhydrique (3.9) versés respectivement jusqu'aux deux points d'équivalence de la courbe de titrage de l'essai à blanc.

La teneur en carbone total, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$\frac{0,05 \times V_5 \times 6 \times 100}{1\,000 \times m} = \frac{0,03 \times V_5}{m}$$

où

V_5 est la somme des volumes V_0 , en millilitres, relatifs aux deux flacons laveurs G_5 et G_6 ;

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

6.2 Titration visuelle

Calculer, en premier lieu, pour chaque flacon laveur G_5 et G_6 la valeur de V_0 , qui est le volume, en millilitres, de la solution titrée d'acide chlorhydrique (3.9) correspondant à la neutralisation de CO_3 , par la formule

$$V_0 = V_1 - V_2$$

où

V_1 est le volume, en millilitres, de la solution titrée d'acide chlorhydrique (3.9) ajoutée en excès;

V_2 est le volume, en millilitres, de la solution titrée d'hydroxyde de sodium (3.10) utilisé pour le titrage en retour.

La teneur en carbone total, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$\frac{0,03 \times V_3}{m}$$

où

V_3 est la somme des volumes V_0 , en millilitres, relatifs aux deux flacons laveurs G_5 et G_6 ;

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

7 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.

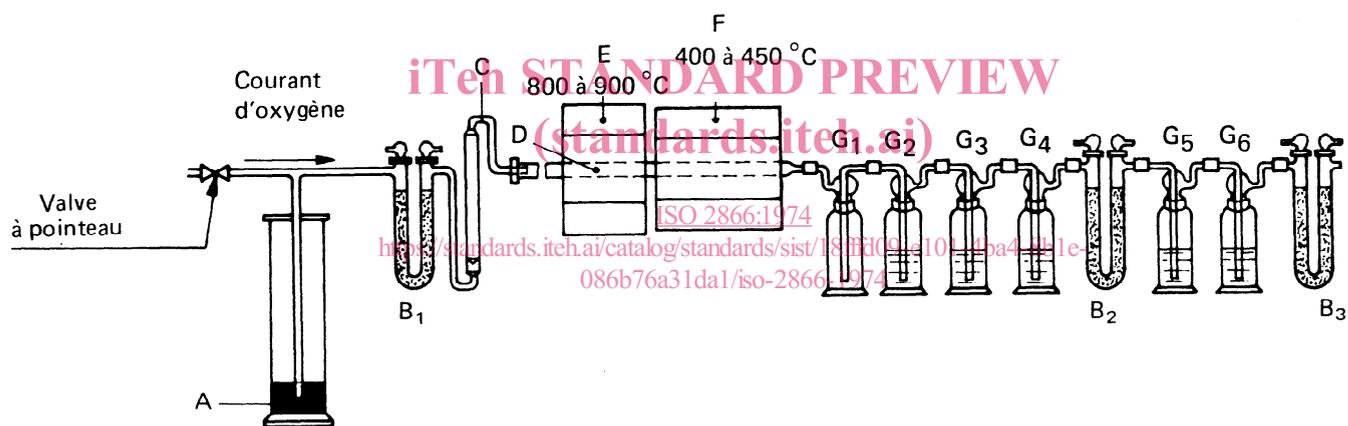


FIGURE 1 — Exemple d'appareil de combustion et d'absorption (4.1)

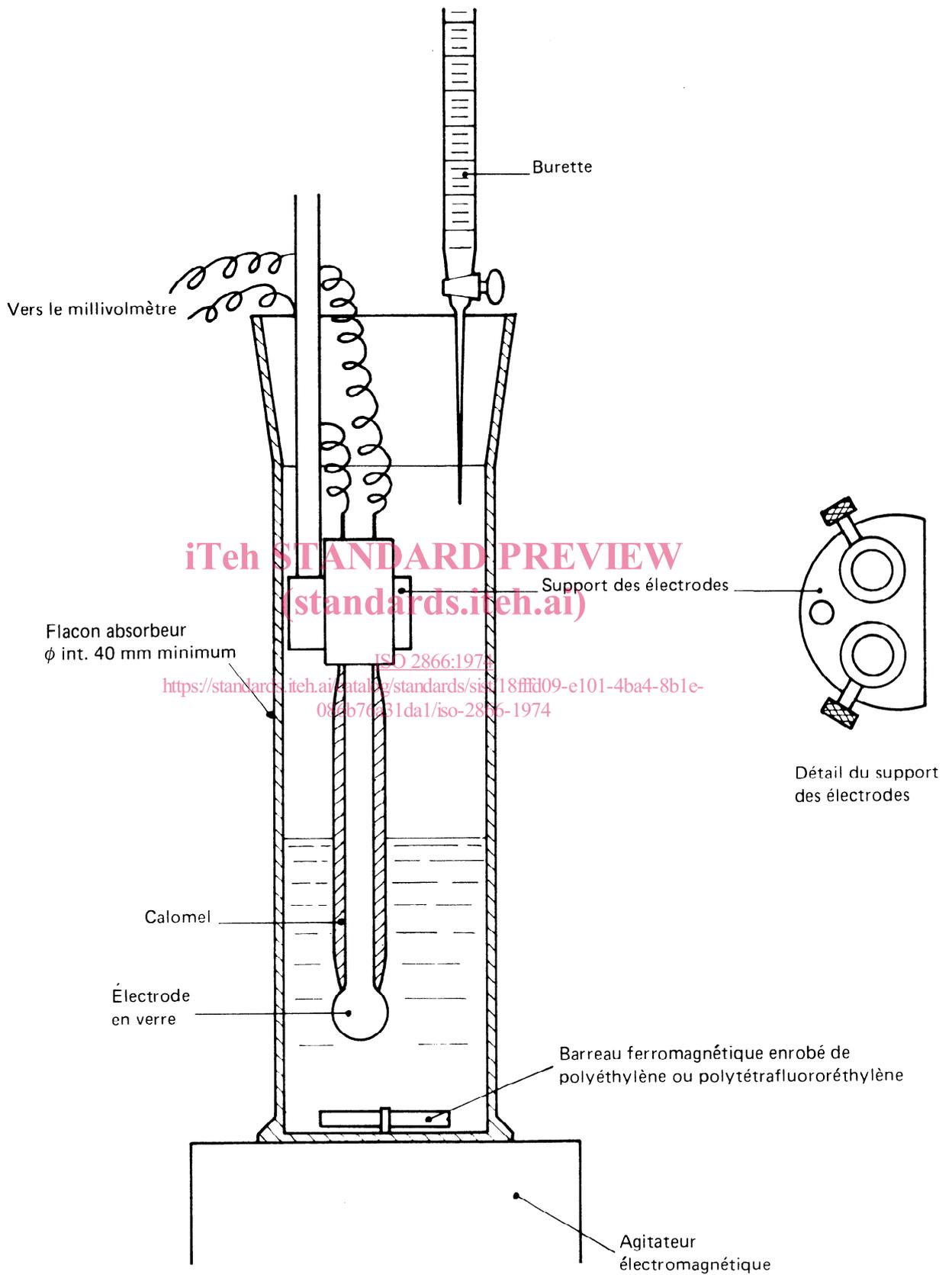


FIGURE 2 – Schéma d'ensemble pour le titrage potentiométrique

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 2866:1974](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/18fffd09-e101-4ba4-8b1e-086b76a31da1/iso-2866-1974>