

---

**NORME INTERNATIONALE**



**2877**

---

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

---

## **Acide sulfurique à usage industriel — Dosage des chlorures — Méthode potentiométrique**

*Sulphuric acid for industrial use — Determination of chlorides content — Potentiometric method*

Première édition — 1974-02-15

**ITeH STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO 2877:1974](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/281cf352-e369-4ac6-b5a0-9934262e4326/iso-2877-1974)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/281cf352-e369-4ac6-b5a0-9934262e4326/iso-2877-1974>

---

CDU 661.25 : 546.132 : 543.257

Réf. N° : ISO 2877-1974 (F)

Descripteurs : acide sulfurique, analyse chimique, dosage, chlorure, analyse potentiométrique.

## 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 2877 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 47, *Chimie*, et soumise aux Comités Membres en septembre 1972.

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

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

Aucun Comité Membre n'a désapprouvé le document.

# Acide sulfurique à usage industriel – Dosage des chlorures – Méthode potentiométrique

## 1 OBJET

La présente Norme Internationale spécifie une méthode potentiométrique de dosage des chlorures dans l'acide sulfurique à usage industriel.

## 2 DOMAINE D'APPLICATION

La méthode est applicable aux produits ayant une teneur supérieure ou égale à 0,000 3 % (*m/m*), exprimée en acide chlorhydrique.

## 3 PRINCIPE

Titration potentiométrique des ions  $\text{Cl}^-$  avec une solution titrée de nitrate d'argent en milieu sulfurique, suivie à l'aide d'électrodes d'argent (électrode de mesure) et au calomel (électrode de référence).

## 4 RÉACTIFS

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

**4.1 Acide sulfurique**,  $\rho$  1,30 g/ml environ, solution à 40 % environ, (*m/m*).

Ajouter avec précaution environ 29 ml de solution d'acide sulfurique  $\rho$  1,84 g/ml environ, solution à 96 % (*m/m*) environ, à 70 ml d'eau et après refroidissement, compléter le volume à 100 ml et homogénéiser.

**4.2 Nitrate d'argent**, solution approximativement 0,1 N.

Dissoudre dans une fiole jaugée de 500 ml, 8,5 g de nitrate d'argent, compléter au volume et homogénéiser.

Conserver la solution dans un flacon brun.

**4.3 Nitrate d'argent**, solution approximativement 0,01 N.

Prélever 50 ml de la solution de nitrate d'argent (4.2), les introduire dans une fiole jaugée de 500 ml, compléter au volume et homogénéiser.

Préparer cette solution au moment de l'emploi.

**4.4 Nitrate d'argent**, solution approximativement 0,004 N.

Prélever 20 ml de la solution de nitrate d'argent (4.2), les introduire dans une fiole jaugée de 500 ml, compléter au volume et homogénéiser.

Préparer cette solution au moment de l'emploi.

**4.5 Chlorure de potassium**, solution étalon de référence 0,1 N.

Peser à 0,000 1 g près 3,727 6 g de chlorure de potassium préalablement séché durant 1 h à 130 °C et refroidi en dessiccateur, les dissoudre dans un peu d'eau et transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 500 ml. Compléter au volume et homogénéiser.

**4.6 Chlorure de potassium**, solution étalon de référence 0,01 N.

Prélever 50,0 ml de la solution étalon de référence de chlorure de potassium (4.5), les introduire dans une fiole jaugée de 500 ml, compléter au volume et homogénéiser.

**4.7 Chlorure de potassium**, solution étalon de référence, 0,004 N.

Prélever 20,0 ml de la solution étalon de référence de chlorure de potassium (4.5), les introduire dans une fiole jaugée de 500 ml, compléter au volume et homogénéiser.

Préparer cette solution au moment de l'emploi.

## 5 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et

**5.1 Appareillage pour potentiométrie**, comprenant :

**5.1.1 Potentiomètre**, sensibilité 2 mV (potentiel de – 500 à + 500 mV).

**5.1.2 Électrode au calomel**, munie de réservoir de sûreté, remplie de solution saturée de chlorure de potassium.

**5.1.3 Pont**, contenant de l'acide sulfurique,  $\rho$  1,48 g/ml environ, relié à l'électrode au calomel (5.1.2).

5.1.4 Électrode d'argent.

5.2 Agitateur magnétique, avec barreau enrobé de politétrafluoréthylène (PTFE).

5.3 Burette, à pointe effilée, graduée en 0,05 ml.

6 MODE OPÉRATOIRE

Selon la teneur présumée en chlorures, opérer avec les solutions et les prises d'essai indiquées dans le tableau ci-dessous :

| Teneurs présumées en chlorures exprimées en HCl % (m/m) | Solution de nitrate d'argent | Solution étalon de référence de chlorure de potassium | Prise d'essai                 |
|---|------------------------------|---|-------------------------------|
| Supérieures à 0,000 3 et jusqu'à 0,01 % compris         | 0,004 N (4.4)                | 0,004 N (4.7)   | 10 à 30 g pesés à 0,01 g près |
| Supérieures à 0,01 et jusqu'à 0,1 % compris             | 0,01 N (4.3)                 | 0,01 N (4.6)  | 1 à 10 g pesés à 0,001 g près |
| Supérieures à 0,1 %                                     | 0,1 N (4.2)                  | 0,1 N (4.5)   | 1 à 3 g pesés à 0,001 g près  |

6.1 Étalonnage de la solution de nitrate d'argent

Prélever respectivement 5,00 et 10,00 ml de la solution étalon de référence de chlorure de potassium et les introduire dans deux bécher de forme basse, de capacité convenable (100 ml, par exemple). Poursuivre sur chacun d'eux le titrage suivant :

Introduire dans le bécher le barreau de l'agitateur magnétique (5.2) et placer le bécher dans un récipient de capacité convenable (capsule de 20 cm de diamètre, par exemple). Entourer le bécher avec de la glace broyée jusqu'au niveau du liquide contenu dans le bécher afin d'homogénéiser la température autour du bécher. Placer l'ensemble récipient-bécher sur l'agitateur magnétique (5.2) et laisser sous agitation.

Plonger un thermomètre dans le bécher et contrôler la température qui doit être comprise entre 10 et 20 °C durant le titrage, en ajoutant, si nécessaire, dans la capsule de la glace broyée.

Ajouter dans le bécher, par petites fractions 50 ± 2 ml de la solution d'acide sulfurique (4.1) préalablement refroidie entre 10 et 20 °C.

Plonger dans la solution l'électrode d'argent (5.1.4), ainsi que l'extrémité libre du pont (5.1.3), brancher les électrodes au potentiomètre (5.1.1) et noter la valeur du potentiel de départ, après avoir vérifié le zéro de l'appareil.

Ajouter à l'aide de la burette (5.3) des fractions de 1 ml à la fois de la solution de nitrate d'argent de même normalité que celle de la solution étalon de référence de chlorure de potassium utilisée, et attendre après chaque ajout la stabilisation du potentiel.

Noter dans les deux premières colonnes d'un tableau les volumes ajoutés au fur et à mesure, et les valeurs correspondantes des potentiels.

À l'approche du point d'équivalence, continuer l'addition de la solution de nitrate d'argent par fractions de 0,2 ml pour les solutions 0,004 N, de 0,1 ml pour les solutions 0,01 N et de 0,05 ml pour les solutions 0,1 N.

Dans une troisième colonne, noter les incréments successifs du potentiel  $E$  ( $\Delta_1 E$ ). Noter dans une quatrième colonne ( $\Delta_2 E$ ), la différence, positive ou négative, entre les incréments du potentiel ( $\Delta_1 E$ ).

La fin du titrage correspond à l'addition de 0,2 ml (ou de 0,1 ml ou de 0,05 ml) de la solution de nitrate d'argent qui donne la valeur maximale de  $\Delta_1 E$ .

Pour calculer le volume exact ( $V_{EQ}$ ) de la solution de nitrate d'argent correspondant à la fin de la réaction, appliquer la formule

$$V_{EQ} = V_0 + V_1 \times \frac{b}{B}$$

où  $V_0$  est le volume, en millilitres, de la solution de nitrate d'argent immédiatement inférieur au volume qui a donné l'incrément maximal de  $\Delta_1 E$ ;

$b$  est la dernière valeur de  $\Delta_2 E$  avec signe +;

$B$  est la somme des valeurs absolues du dernier  $\Delta_2 E$  avec signe + et du premier  $\Delta_2 E$  avec signe - (voir exemple en annexe)

$V_1$  est le volume, en millilitres, de solution de nitrate d'argent ajouté la dernière fois (= 0,2 ou 0,1 ou 0,05 ml selon la solution utilisée).

6.2 Dosage

6.2.1 Prise d'essai

Dans un bécher sec, forme basse, de capacité convenable (100 ml, par exemple), avec la précision indiquée dans le tableau, peser une masse de l'échantillon pour essai comprise entre 1 et 30 g en fonction de la teneur présumée en acide chlorhydrique.

6.2.2 Titrage

Introduire dans le bécher le barreau magnétique, bien sec, de l'agitateur magnétique (5.2) placer le bécher dans un récipient de capacité convenable (capsule de 20 cm de diamètre environ, par exemple), entourer le bécher avec de la glace broyée jusqu'au niveau du liquide contenu dans le bécher. Ajouter de l'eau dans la capsule pour faciliter l'homogénéité de la température tout autour du bécher.

Placer l'ensemble récipient-bécher sur l'agitateur magnétique (5.2) et laisser sous agitation.

Plonger un thermomètre dans le bécher et contrôler la température, qui doit être maintenue entre 10 et 20 °C pendant toute la période de la préparation de la solution d'essai et du titrage. Pour faciliter ceci, ajouter éventuellement de temps en temps, dans la capsule de la glace broyée.

Ajouter dans le bécher, par petites fractions, 50 ± 2 ml de la solution d'acide sulfurique (4.1) préalablement refroidie à une température comprise entre 10 et 20 °C.

Plonger dans le bécher l'électrode d'argent (5.1.4), ainsi que l'extrémité libre du pont (5.1.3), brancher les électrodes au potentiomètre (5.1.1) et noter la valeur du potentiel de départ, après avoir vérifié le zéro de l'appareil.

Ajouter à l'aide de la burette (5.3) de la solution de nitrate d'argent par fractions de 1 ml et attendre après chaque ajout la stabilisation du potentiel.

Pour relever le point final du titrage, suivre les indications données en 6.1 en tenant compte dans le calcul que les additions de la solution de nitrate d'argent sont par fractions de 0,2 ml ou de 0,1 ml ou de 0,05 ml respectivement, selon les concentrations des solutions utilisées.

**7 EXPRESSION DES RÉSULTATS**

Le pourcentage en masse des chlorures, exprimés en acide chlorhydrique (HCl), est donné par la formule

$$\frac{m_1 \times 5 \times (V_4 - 2V_3 + V_2)}{m_0 \times (V_2 - V_3)} \times 100$$

où

$m_0$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai;

$m_1$  est la masse, en grammes, d'acide chlorhydrique correspondant à 1 ml de solution de nitrate d'argent (= 0,000 146 pour les solutions 0,004 N, 0,000 365 pour les solutions 0,01 N et 0 003 65 pour les solutions 0,1 N);

$V_2$  est la valeur de  $V_{EQ}$ , en millilitres, correspondant au titrage de 10 ml de la solution étalon de référence de chlorure de potassium;

$V_3$  est la valeur de  $V_{EQ}$ , en millilitres, correspondant au titrage de 5 ml de la solution étalon de référence de chlorure de potassium;

$V_4$  est la valeur de  $V_{EQ}$ , en millilitres, correspondant au dosage;

5 est la différence, en millilitres, entre les deux volumes de la solution étalon de référence de chlorure de potassium prélevés pour l'étalonnage.

**8 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI**

Le procès-verbal d'essai doit contenir les indications suivantes :

- a) référence de la méthode employée;
- 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 toutes opérations facultatives.

ANNEXE

EXEMPLE

| Volume de la solution de nitrate d'argent, V          | potentiel E | $\Delta_1 E$ | $\Delta_2 E$ |
|---|-------------|--------------|--------------|
| ml  | mV          |              |              |
| 4,8   | 436         |              |              |
| 5,0   | 453         | 17           | + 13         |
| 5,2   | 483         | 30           | - 6          |
| 5,4   | 507         | 24           | - 12         |
| 5,6   | 519         | 12           |              |
| $V_{EQ} = 5,0 + 0,2 \times \frac{13}{13 + 6} = 5,134$ |             |              |              |

Page blanche

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 2877:1974

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/281cf352-e369-4ae6-b5a0-9934262e4326/iso-2877-1974>

Page blanche

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 2877:1974

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/281cf352-e369-4ae6-b5a0-9934262e4326/iso-2877-1974>

Page blanche

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 2877:1974

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/281cf352-e369-4ae6-b5a0-9934262e4326/iso-2877-1974>