
NORME INTERNATIONALE



3196

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

Hydroxyde de sodium à usage industriel – Dosage des carbonates – Méthode titrimétrique

Sodium hydroxide for industrial use – Determination of carbonates content – Titrimetric method

Première édition – 1975-05-01

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3196:1975

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/aa955cfe-7a6d-4b5b-98ac-a09437f8aa86/iso-3196-1975>

CDU 661.322.1 : 546.264-31 : 543.24

Réf. n° : ISO 3196-1975 (F)

Descripteurs : hydroxyde de sodium, analyse chimique, dosage, carbonate, dioxyde de 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 3196 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 47, *Chimie*, et soumise aux Comités Membres en septembre 1973.

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

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

Aucun Comité Membre n'a désapprouvé le document.

Hydroxyde de sodium à usage industriel – Dosage des carbonates – Méthode titrimétrique

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie une méthode titrimétrique de dosage des carbonates dans l'hydroxyde de sodium à usage industriel.

La méthode est applicable aux produits dont la teneur en carbonates, exprimés en CO_2 , est supérieure à 0,01 % (m/m).

Trois cas, désignés par un essai préliminaire, sont prévus :

1.1 Hydroxyde de sodium ne contenant pas de sulfure ni de chlorate.

1.2 Hydroxyde de sodium contenant des sulfures.

1.3 Hydroxyde de sodium contenant des chlorates.

2 RÉFÉRENCE

ISO 3195, *Hydroxyde de sodium à usage industriel – Prélèvement – Échantillon pour essai – Préparation de la solution principale pour l'exécution de certains dosages.*

3 ESSAI PRÉLIMINAIRE

3.1 Principe

Ébullition d'une prise d'essai acidifiée, additionnée de méthylorange et surmontée d'une bande de papier à l'acétate de plomb. La présence de sulfure provoque le noircissement du papier, tandis que la présence de chlorate se traduit par la décoloration du méthylorange.

3.2 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, exempte de dioxyde de carbone.

3.2.1 **Acide chlorhydrique**, solution 6 N environ.

3.2.2 **Méthylorange**, solution à 0,5 g/l.

3.2.3 **Papier à l'acétate de plomb**, découpé en bandes de dimensions approximatives 15 mm X 80 mm.

3.3 Mode opératoire

Introduire 20 g environ de l'échantillon pour essai dans une fiole conique de 300 ml. Ajouter 150 ml d'eau et 3 gouttes de la solution de méthylorange (3.2.2). Neutraliser avec la solution d'acide chlorhydrique (3.2.1) et ajouter un excès de 5 ml de cet acide.

Fixer une bande de papier à l'acétate de plomb (3.2.3) à l'intérieur du col de la fiole conique, en rabattant une partie du papier vers l'extérieur.

Faire bouillir la solution durant 5 min et déterminer le mode opératoire à appliquer selon le tableau ci-après.

Aspect		Cas N°	Mode opératoire à appliquer
de la solution	du papier		
rouge	blanc	1.1	Chapitre 4
rouge	noirci	1.2	Chapitre 5
incolore	blanc	1.3	Chapitre 6

4 HYDROXYDE DE SODIUM NE CONTENANT PAS DE SULFURE NI DE CHLORATE

4.1 Principe

Dégagement du dioxyde de carbone par acidification et chauffage. Entraînement par un courant gazeux et absorption dans un volume excédentaire de solution d'hydroxyde de baryum. Titrage de l'excès d'hydroxyde de baryum par une solution titrée d'acide chlorhydrique, en présence de thymolphthaléine comme indicateur.

4.2 Réactifs

Réactifs figurant en 3.2, et

4.2.1 **Azote**, ou **air**, exempt de dioxyde de carbone.

4.2.2 **Hydroxyde de baryum**, solution 0,1 N environ.

Peser 15,0 g environ d'hydroxyde de baryum octohydraté $[\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}]$, les dissoudre dans de l'eau, transférer quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser. Laisser déposer le précipité de carbonate de baryum éventuel avant l'utilisation.

4.2.3 Acide chlorhydrique, solution titrée 0,1 N.

4.2.4 Thymolphthaléine, solution à 5 g/l dans l'éthanol à 95 % (V/V).

4.3 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

4.3.1, Appareil pour le dégagement, l'absorption et le titrage du dioxyde de carbone. Voir à titre d'exemple, l'appareil représenté à la figure, constitué par

A *Ballon*, capacité 500 ml;

B *Entonnoir à robinet*, capacité 100 ml;

C₁ et C₂ *Flacons laveurs de Drechsel*, garnis de solution d'hydroxyde de sodium à 20 % (m/m);

C₃ *Flacon laveur de Drechsel*, garni de solution saturée d'hydroxyde de baryum;

D *Réfrigérant à serpentín*;

E *Vase d'absorption*;

F *Serpentin d'absorption* (longueur minimale 70 cm);

G *Burette*, capacité 50 ml, graduée en 0,1 ml;

H *Robinet*, à 3 voies en V;

I et J *Entrée et sortie de l'azote, ou de l'air* (4.2.1).

– dans le vase d'absorption (E) : 50,00 ml de la solution d'hydroxyde de baryum (4.2.2) et 3 gouttes de la solution de thymolphthaléine (4.2.4).

4.4.3.3 Fermer l'appareil, faire passer l'eau à travers le réfrigérant (D) et laisser couler prudemment l'acide de l'entonnoir (B) dans le ballon (A) jusqu'au virage au rouge de l'indicateur, puis ajouter encore 5 ml environ d'acide, en prenant soin de laisser une garde d'au moins quelques millimètres de liquide au-dessus du robinet (H).

4.4.3.4 Faire passer le courant gazeux, réglé à 2 bulles par seconde, durant 10 min, puis, sans interrompre ce dernier, chauffer le contenu du ballon (A) jusqu'à l'ébullition et maintenir celle-ci durant 20 min. Arrêter le chauffage, augmenter le débit gazeux jusqu'à 5 bulles par seconde et titrer l'excès de la solution d'hydroxyde de baryum contenu dans le vase (E) à l'aide de la solution titrée d'acide chlorhydrique (4.2.3) se trouvant dans la burette (G) jusqu'à virage de l'indicateur du bleu à l'incolore.

4.5 Expression des résultats

La teneur en carbonates, exprimée en pourcentage en masse de dioxyde de carbone (CO₂), est donnée par la formule

$$\frac{100}{(V_0 - V_1) \times T} \times 0,022 = \frac{2,2 (V_0 - V_1) T}{m}$$

ISO 3196:1975

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/aa955cfe-7a6d-4b5b-98ac-a09437f8aa86/iso-3196-1975>

V₀ est le volume, en millilitres, de la solution titrée d'acide chlorhydrique (4.2.3) utilisé pour l'essai à blanc;

V₁ est le volume, en millilitres, de la solution titrée d'acide chlorhydrique (4.2.3) utilisé pour le dosage;

T est la concentration réelle, exprimée en normalité, de la solution titrée d'acide chlorhydrique (4.2.3);

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai (4.4.1);

0,022 est la masse, en grammes, de dioxyde de carbone correspondant à 1 ml de solution titrée d'acide chlorhydrique 1 N exactement.

4.4 Mode opératoire

4.4.1 Prise d'essai

Peser, à 0,01 g près, dans un vase à peser muni de son couvercle, une masse de l'échantillon pour essai, solide ou liquide (voir ISO 3195), correspondant à 25 g de NaOH au maximum et ne libérant pas plus de 50 mg de dioxyde de carbone.

4.4.2 Essai à blanc

À la suite du dosage, effectuer un essai à blanc en utilisant le même appareil et en suivant les prescriptions données en 4.4.3, mais sans introduction de la prise d'essai.

4.4.3 Dosage

4.4.3.1 Faire passer, durant 10 min, de l'azote ou de l'air (4.2.1) dans l'appareil (4.3.1), à la vitesse de 5 bulles environ par seconde.

4.4.3.2 Arrêter le courant gazeux et introduire respectivement :

– dans l'entonnoir à robinet (B) : 90 ml environ de la solution d'acide chlorhydrique (3.2.1);

– dans le ballon (A) : la prise d'essai (4.4.1), 150 ml d'eau et 3 gouttes de la solution de méthylorange (3.2.2);

5 HYDROXYDE DE SODIUM CONTENANT DES SULFURES

Dans le cas d'hydroxyde de sodium contenant des sulfures, l'acidification du produit provoque un dégagement de sulfure d'hydrogène qui est absorbé dans la solution d'hydroxyde de baryum, en même temps que le dioxyde de carbone, entraînant ainsi une erreur par excès. Un traitement préalable de la prise d'essai est donc nécessaire.

La méthode est applicable aux produits contenant jusqu'à 1 g de sulfures, exprimés en Na₂S, par kilogramme.

5.1 Principe

Oxydation des sulfures par le peroxyde d'hydrogène et ébullition de la prise d'essai, avant son acidification.

Dosage selon la méthode spécifiée au chapitre 4.

5.2 Réactifs

Réactifs figurant en 3.2 et 4.2, et

5.2.1 Peroxyde d'hydrogène, solution à 30 % (m/m).**5.3 Appareillage**

Voir 4.3.

5.4 Mode opératoire

Opérer selon 4.4.3, en appliquant les modifications ci-après :

- au point 4.4.3.2, introduire dans le Ballon (A) la prise d'essai (4.4.1), 150 ml d'eau et 5 gouttes de la solution de peroxyde d'hydrogène (5.2.1);
- au point 4.4.3.3, avant de faire couler l'acide dans le ballon (A), faire bouillir le contenu de ce dernier durant 5 min sous courant gazeux, puis le refroidir et y introduire 3 gouttes de la solution de méthylorange (3.2.2).

5.5 Expression des résultats

Voir 4.5.

6 HYDROXYDE DE SODIUM CONTENANT DES CHLORATES

Dans le cas d'hydroxyde de sodium contenant des chlorates, l'acidification du produit provoque un dégagement de chlore qui est absorbé dans la solution d'hydroxyde de baryum, en même temps que le dioxyde de carbone, entraînant ainsi une erreur par excès. Un traitement préalable de la prise d'essai est donc nécessaire.

La méthode est applicable aux produits contenant jusqu'à 2 g de chlorates, exprimés en NaClO_3 , par kilogramme.

6.1 Principe

Réduction préalable des chlorates en chlorures par addition de sulfate de fer(II).

Dosage selon la méthode spécifiée au chapitre 4.

6.2 Réactifs

Réactifs figurant en 3.2 et 4.2, et

6.2.1 Sulfate de fer(II), solution contenant 28 g de sulfate de fer(II) heptahydraté ($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) et 4 gouttes de la solution d'acide chlorhydrique (3.2.1) dans 100 ml.

6.3 Appareillage

Voir 4.3.

6.4 Mode opératoire

Opérer selon 4.4.3, en appliquant la modification ci-après :

- au point 4.4.3.2, introduire dans le ballon (A) la prise d'essai (4.4.1), 150 ml d'eau, 3 gouttes de la solution de méthylorange (3.2.2) et 5 ml de la solution de sulfate de fer(II) (6.2.1), puis mélanger.

6.5 Expression des résultats

Voir 4.5.

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 dans la Norme Internationale à laquelle il est fait référence, ou de toutes opérations facultatives.

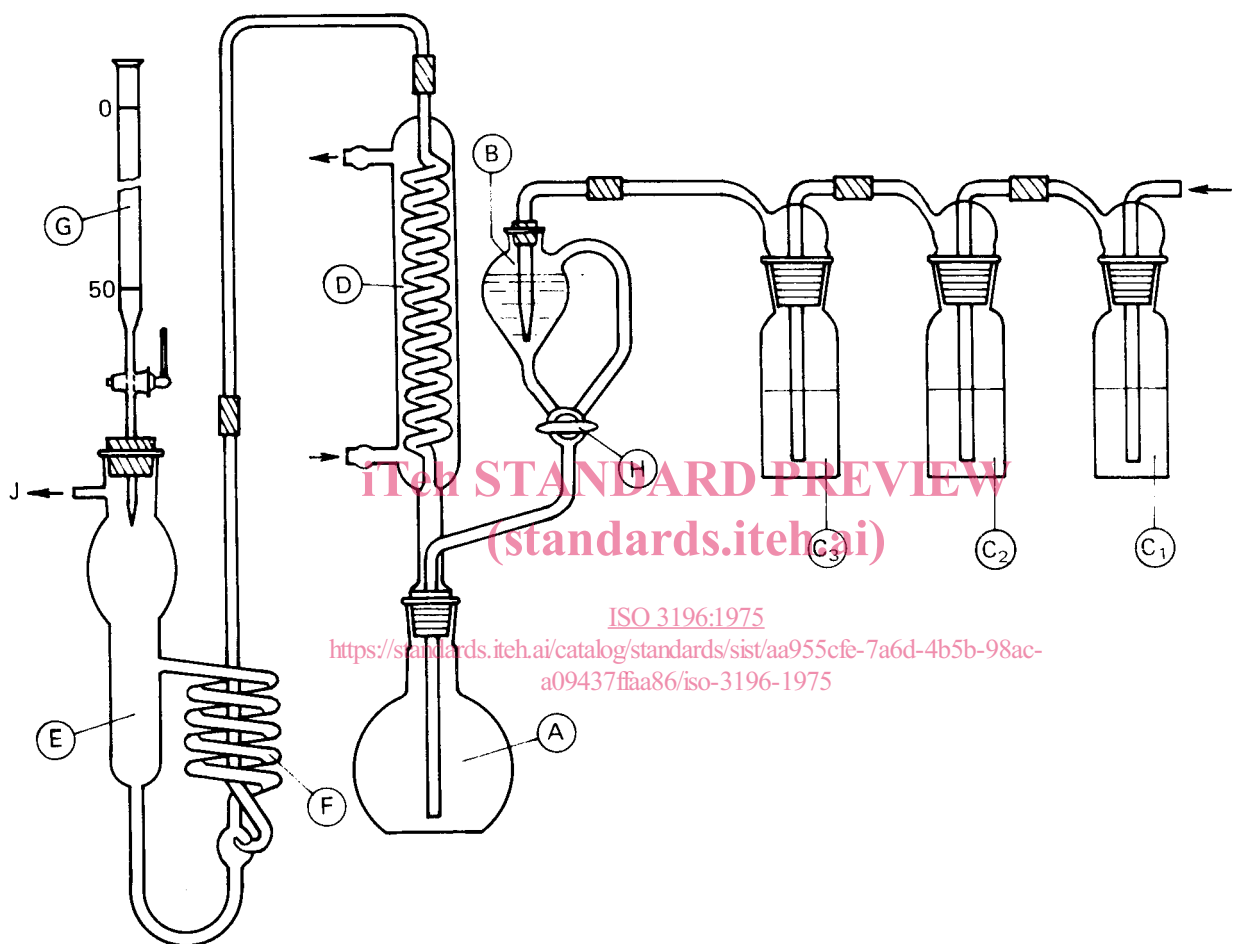


FIGURE — Appareil typique pour le dosage des carbonates par la méthode titrimétrique à l'hydroxyde de baryum

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3196:1975

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/aa955cfe-7a6d-4b5b-98ac-a09437ffaa86/iso-3196-1975>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3196:1975

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/aa955cfe-7a6d-4b5b-98ac-a09437ffaa86/iso-3196-1975>