
NORME INTERNATIONALE



3199

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

Chlorate de sodium à usage industriel — Dosage du chlorate — Méthode titrimétrique au dichromate

Sodium chlorate for industrial use — Determination of chlorate content — Dichromate titrimetric method

Première édition — 1975-02-15

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 3199:1975](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e56319bc-0ac3-439b-916a-672b16cf0ff4/iso-3199-1975)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e56319bc-0ac3-439b-916a-672b16cf0ff4/iso-3199-1975>

CDU 661.442 : 546.135 : 543.24

Réf. N° : ISO 3199-1975 (F)

Descripteurs : chlorate de sodium, analyse chimique, dosage, chlorate, 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 3199 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'	Hongrie	Roumanie
Allemagne	Inde	Royaume-Uni
Autriche	Irlande	Suisse
Belgique	Italie	Tchécoslovaquie
Bulgarie	Nouvelle-Zélande	Thaïlande
Chili	Pays-Bas	Turquie
Espagne	Pologne	U.R.S.S.
France	Portugal	Yougoslavie

Aucun Comité Membre n'a désapprouvé le document.

Chlorate de sodium à usage industriel – Dosage du chlorate – Méthode titrimétrique au dichromate

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie une méthode titrimétrique au dichromate pour le dosage du chlorate dans le chlorate de sodium à usage industriel.

La méthode n'est pas applicable à l'analyse des mélanges à usage agricole : herbicides, pesticides, etc., dans lesquels certains composants peuvent provoquer des interférences.

2 PRINCIPE

Réduction du chlorate par une quantité connue, en excès, de sel de fer(II).

Titration de l'excès de sel de fer(II) par une solution titrée de dichromate de potassium, en présence d'une solution de diphenylamine-4-sulfonate de baryum comme indicateur.

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 Acide orthophosphorique, ρ 1,71 g/ml environ, solution à 85 % (m/m) environ.

3.2 Acide sulfurique, ρ 1,84 g/ml environ, solution à 96 % (m/m) environ ou 36 N environ.

3.3 Acide sulfurique, solution 18 N environ.

3.4 Sulfate de fer(II), solution 0,1 N environ.

Peser, à 0,01 g près, 39,2 g de sulfate double d'ammonium et de fer(II) hexahydraté $[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$. Les dissoudre dans 500 ml d'eau, ajouter lentement 40 ml de la solution d'acide sulfurique (3.3), refroidir, compléter au volume dans une fiole jaugée de 1 000 ml et homogénéiser.

Conserver cette solution dans un flacon en verre fermé par un bouchon rodé.

3.5 Dichromate de potassium, solution titrée 0,1 N.

Peser, à 0,000 1 g près, 4,903 g de dichromate de potassium, préalablement séché à 200 °C durant 16 h environ, puis refroidi en dessiccateur. Les dissoudre dans de l'eau, compléter au volume dans une fiole jaugée de 1 000 ml et homogénéiser.

Conserver cette solution dans un flacon en verre fermé par un bouchon rodé.

3.6 Diphenylamine-4-sulfonate de baryum, solution à 4 g/l.

4 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire.

5 MODE OPÉRATOIRE

5.1 AVERTISSEMENT

Le chlorate de sodium est un comburant. Éviter de le conserver, ou de le manipuler à proximité d'une source de chaleur. Éviter également tout contact du produit ou de ses solutions avec des acides et avec des matières combustibles (papiers, cartons, vêtements, bois, chiffons, matières grasses, etc.) qui risquent de s'enflammer ou de provoquer par la suite un mélange explosif. Laver à grande eau toute matière imprégnée accidentellement de chlorate de sodium.

5.2 Prise d'essai

Peser, à 0,001 g près, 3 g environ de l'échantillon pour essai.

5.3 Essai à blanc

Effectuer, parallèlement au dosage et suivant le même mode opératoire, un essai à blanc en utilisant les mêmes quantités de tous les réactifs que celles employées pour le dosage, mais en remplaçant la solution d'essai (5.4) par 20 ml d'eau.

5.4 Préparation de la solution d'essai

Dissoudre la prise d'essai (5.2) dans de l'eau, compléter au volume dans une fiole jaugée de 1 000 ml et homogénéiser.

5.5 Dosage

Introduire 20,0 ml de la solution d'essai (5.4) dans une fiole conique de 500 ml. Ajouter 50,0 ml de la solution de sulfate de fer(II) (3.4) puis, lentement et en refroidissant avec soin, 20 ml de la solution d'acide sulfurique (3.2) et 5 ml de la solution d'acide phosphorique (3.1). Laisser reposer durant 10 min à la température ambiante.

Diluer à 300 ml environ, ajouter 5 gouttes de la solution de diphénylamine-4-sulfonate de baryum (3.6) et titrer à l'aide de la solution titrée de dichromate de potassium (3.5) jusqu'à virage au violet.

6 EXPRESSION DES RÉSULTATS

6.1 Mode de calcul

La teneur en chlorate de sodium (NaClO₃), exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$(V_1 - V_2) \times T \times \frac{1\,000}{20} \times \frac{100}{m} \times 0,017\,75 = \frac{88,75 (V_1 - V_2) T}{m}$$

où

V₁ est le volume, en millilitres, de la solution titrée de dichromate de potassium (3.5) utilisé pour l'essai à blanc;

V₂ est le volume, en millilitres, de la solution titrée de dichromate de potassium (3.5) utilisé pour le dosage;

T est la concentration réelle, exprimée en normalité, de la solution de dichromate de potassium (3.5);

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai (5.2);

0,017 75 est la masse, en grammes, de chlorate de sodium correspondant à 1 ml de solution de dichromate de potassium 1 N exactement.

6.2 Répétabilité et reproductibilité

Des analyses comparatives, effectuées dans 9 laboratoires par 18 opérateurs, ont donné les renseignements statistiques indiqués dans le tableau suivant :

Moyenne (% m/m)	99,55	
Ecart-type	de répétabilité (σ _r)	0,15
	de reproductibilité (σ _R)	0,31

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.

ISO 3199-1975
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e56319bc-0ac3-439b-916a-672b16cf0ff4/iso-3199-1975>