
NORME INTERNATIONALE



3328

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

Acide nitrique à usage industriel — Dosage des sulfates — Méthode par réduction et titrimétrie

Nitric acid for industrial use — Determination of sulphate content — Method by reduction and titrimetry

iTeh STANDARD PREVIEW
Première édition — 1975-07-15
(standards.iteh.ai)

[ISO 3328:1975](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f77d1832-72ac-4a54-99b8-3eb3b1110053/iso-3328-1975)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f77d1832-72ac-4a54-99b8-3eb3b1110053/iso-3328-1975>

CDU 661.561 : 546.226 : 543.243

Réf. n° : ISO 3328-1975 (F)

Descripteurs : acide nitrique, analyse chimique, dosage, sulfate, 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 3328 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 47, *Chimie*, et soumise aux Comités Membres en février 1974.

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

| | | |
|-------------------------|------------------|--|
| Afrique du Sud, Rép. d' | France | ISO 3328:1975 |
| Allemagne | Hongrie | Pologne |
| Autriche | Inde | Royaume-Uni |
| Belgique | Irlande | Suisse |
| Bulgarie | Israël | Tchécoslovaquie |
| Chili | Italie | Turquie |
| Égypte, Rép. arabe d' | Nouvelle-Zélande | U.R.S.S. |
| Espagne | Pays-Bas | Yougoslavie |

Aucun Comité Membre n'a désapprouvé le document.

Acide nitrique à usage industriel – Dosage des sulfates – Méthode par réduction et titrimétrie

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie une méthode de dosage des sulfates, par réduction et titrimétrie, dans l'acide nitrique à usage industriel, applicable aux produits ayant une teneur en sulfates, exprimés en SO_4 , supérieure ou égale à 0,000 1 % (*m/m*).

2 PRINCIPE

Évaporation d'une prise d'essai jusqu'à siccité, en présence de carbonate de sodium.

Réduction des sulfates en sulfures par un mélange d'acide iodhydrique et d'acide hypophosphoreux.

Absorption du sulfure d'hydrogène dégagé dans un mélange d'acétone et de solution d'hydroxyde de sodium. Titrage par une solution titrée d'acétate de mercure(II), en présence de dithizone 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 iodhydrique, ρ 1,71 g/ml environ, solution à 57 % (*m/m*) environ.

3.2 Acide hypophosphoreux [$\text{H}(\text{H}_2\text{PO}_2)$], ρ 1,21 g/ml environ, solution à 50 % (*m/m*) environ.

3.3 Acide chlorhydrique, ρ 1,19 g/ml environ, solution à 38 % (*m/m*) environ.

3.4 Solution réductrice.

Dans une fiole de 1 000 ml à col rodé adaptable à un réfrigérant à reflux, introduire, dans l'ordre, sous courant d'azote (3.11), 100 ml de la solution d'acide iodhydrique (3.1), 25 ml de la solution d'acide hypophosphoreux (3.2), et 100 ml de la solution d'acide chlorhydrique (3.3). Relier la fiole au réfrigérant à reflux et, tout en faisant barboter un léger courant d'azote, faire bouillir sous reflux durant 4 h.

Refroidir ensuite jusqu'à la température ambiante, en maintenant le courant d'azote.

Conserver la solution en flacon en verre sombre, purgé préalablement avec de l'azote et muni d'un bouchon rodé.

3.5 Sulfate de sodium, solution étalon de référence 0,001 M.

Peser, à 0,000 1 g près, 0,142 0 g de sulfate de sodium anhydre, préalablement séché à 110 °C puis refroidi en dessiccateur. Les introduire dans une fiole jaugée de 1 000 ml, les dissoudre avec de l'eau, compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon correspond à 96 μg de SO_4 .

3.6 Acétate de mercure(II), solution titrée 0,001 M.

Peser, à 0,000 1 g près, 0,318 7 g d'acétate de mercure(II) [$\text{Hg}(\text{CH}_3\text{COO})_2$]. Les introduire dans une fiole jaugée de 1 000 ml, les dissoudre avec de l'eau, compléter au volume et homogénéiser.

On peut employer, en variante, une solution titrée 0,001 M de nitrate de mercure(II).

3.6.1 Nitrate de mercure(II), solution titrée 0,001 M.

Peser $10,85 \pm 0,01$ g d'oxyde de mercure(II) (HgO), les placer dans un bécher de capacité convenable (100 ml par exemple) et les dissoudre dans 10 ml d'une solution d'acide nitrique ρ 1,40 g/ml environ, solution à 68 % (*m/m*) environ.

Diluer la solution, la transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser. (On obtient ainsi une solution 0,05 M, correspondant à 0,1 N.)

Prélever 20,00 ml de cette solution, les introduire dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

Préparer cette dernière solution au moment de l'emploi.

NOTES

1 Dans la plupart des laboratoires, on disposera d'une solution titrée 0,1 N exactement de nitrate de mercure(II) (correspondant à une solution 0,05 M), utilisée couramment pour le dosage des chlorures par mercurimétrie.

2 Les titres des solutions (3.6) et (3.6.1) ainsi préparées sont suffisamment exacts, compte tenu des faibles quantités de sulfates à doser. Un étalonnage n'est donc pas nécessaire.

3.7 Acétone.

3.8 Dithizone, solution acétonique à 0,5 g/l.

3.9 Hydroxyde de sodium, solution 1 N environ.

3.10 Carbonate de sodium, anhydre.

3.11 Azote.

4 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et

4.1 Microburette, graduée en 0,01 ml.

4.2 Appareil pour la réduction et la distillation (du type représenté par la figure), dont tous les éléments sont raccordés par l'intermédiaire de joints rodés.

5 MODE OPÉRATOIRE

5.1 Prise d'essai et préparation de la solution d'essai

Peser, à 0,000 1 g près, une masse de l'échantillon pour essai telle qu'elle contienne une masse de SO₄ comprise entre 0,5 et 2 mg. L'introduire dans un bécher de capacité convenable, ajouter 20 à 30 mg de carbonate de sodium (3.10) et faire évaporer sous une hotte, jusqu'à siccité. Reprendre le résidu avec 10,00 ml d'eau légèrement acidifiée par addition de la solution d'acide chlorhydrique (3.3).

Préparer cette solution au moment de l'emploi.

5.2 Essai de contrôle

Cet essai a pour but de contrôler l'étanchéité de l'appareil (4.2) et son fonctionnement (réduction des composés soufrés et récupération quantitative du sulfure d'hydrogène dégagé).

Introduire, dans le tube à essais de l'appareil (4.2), 5 ml de la solution d'hydroxyde de sodium (3.9), 5 ml d'acétone (3.7) et 0,1 ml de la solution de dithizone (3.8).

Homogénéiser et ajouter, goutte à goutte, la solution d'acétate de mercure(II) (3.6) jusqu'au virage du jaune au rose.

Introduire dans la fiole de réduction, propre et sèche, 2,00 ml de la solution étalon de référence de sulfate de sodium (3.5). Relier les différentes parties de l'appareil (4.2) comme indiqué sur la figure en ayant soin d'enduire légèrement les joints rodés avec une graisse à la silicone et de les serrer avec des ressorts appropriés, afin d'assurer la parfaite étanchéité de l'appareil. Faire passer, à travers le tube adducteur, un léger courant d'azote (3.11) (2 à 3 bulles par seconde). Introduire ensuite 15 ml de la solution réductrice (3.4) dans la fiole de réduction, au moyen de l'ampoule à robinet, en exerçant une légère pression d'azote.

Tout en maintenant le courant d'azote par le tube adducteur, plonger partiellement (70 mm environ) la fiole de réduction dans un bain d'eau bouillante durant 30 min au moins. Faire passer ensuite l'azote à travers l'ampoule à robinet durant 5 min.

Le sulfure d'hydrogène libéré par la réaction est absorbé dans la solution, contenue dans le tube à essais, qui redeviendra jaune.

NOTE – Une éventuelle coloration bleu-vert indique qu'une forte quantité d'acide chlorhydrique a été entraînée et qu'il faut donc répéter l'essai.

Débrancher les différentes parties de l'appareil (4.2), laver le tube de liaison avec quelques millilitres d'un mélange à parties égales d'eau et d'acétone (3.7), en recevant les liquides de lavage dans le tube à essais. Titrer la solution obtenue au moyen de la solution titrée d'acétate de mercure(II) (3.6), contenue dans la microburette (4.1) jusqu'à réapparition de la coloration rose.

L'essai de contrôle est déclaré satisfaisant si le volume de la solution titrée d'acétate de mercure(II) (3.6) utilisé pour le titrage est compris entre 1,90 et 2,10 ml, après déduction du résultat de l'essai à blanc (5.4). Dans le cas contraire, vérifier l'étanchéité de l'appareil.

5.3 Dosage

Introduire 1,00 ml de la solution d'essai (5.1) dans la fiole de réduction de l'appareil (4.2). Relier les différentes parties de l'appareil. Introduire, dans le tube à essais, 5 ml de la solution d'hydroxyde de sodium (3.9), 5 ml d'acétone (3.7) et 0,1 ml de la solution de dithizone (3.8). Homogénéiser et ajouter, goutte à goutte, la solution titrée d'acétate de mercure(II) (3.6) jusqu'au virage du jaune au rose.

Faire passer un courant d'azote à travers l'appareil et ajouter, par l'ampoule à robinet, en exerçant une légère pression d'azote, 15 ml de la solution réductrice (3.4).

Poursuivre comme indiqué en 5.2 pour l'exécution de l'essai de contrôle, à partir du 5^{ème} alinéa.

5.4 Essai à blanc

Conduire un essai à blanc dans les mêmes conditions que le dosage (5.3), mais en remplaçant le 1,00 ml de la solution d'essai (5.1) par 1,00 ml d'eau.

6 EXPRESSION DES RÉSULTATS

La teneur en sulfates, exprimée en pourcentage en masse de sulfate (SO₄), est donnée par la formule

$$\frac{(V_1 - V_0) \times 96 \times 10 \times 100}{1\ 000\ 000\ m_0} = \frac{(V_1 - V_0) \times 0,096}{m_0}$$

où

V₀ est le volume, en millilitres, de la solution titrée d'acétate de mercure(II) (3.6) utilisé pour l'essai à blanc;

V₁ est le volume, en millilitres, de la solution titrée d'acétate de mercure(II) (3.6) utilisé pour le dosage;

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai (5.1);

96 est la masse, en microgrammes, de SO_4 correspondant à 1 ml de la solution titrée d'acétate de mercure(II) (3.6).

7 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 relevés éventuellement au cours de l'essai;
- d) compte rendu de toutes opérations non prévues dans la présente Norme Internationale, ou facultatives.

Dimensions en millimètres

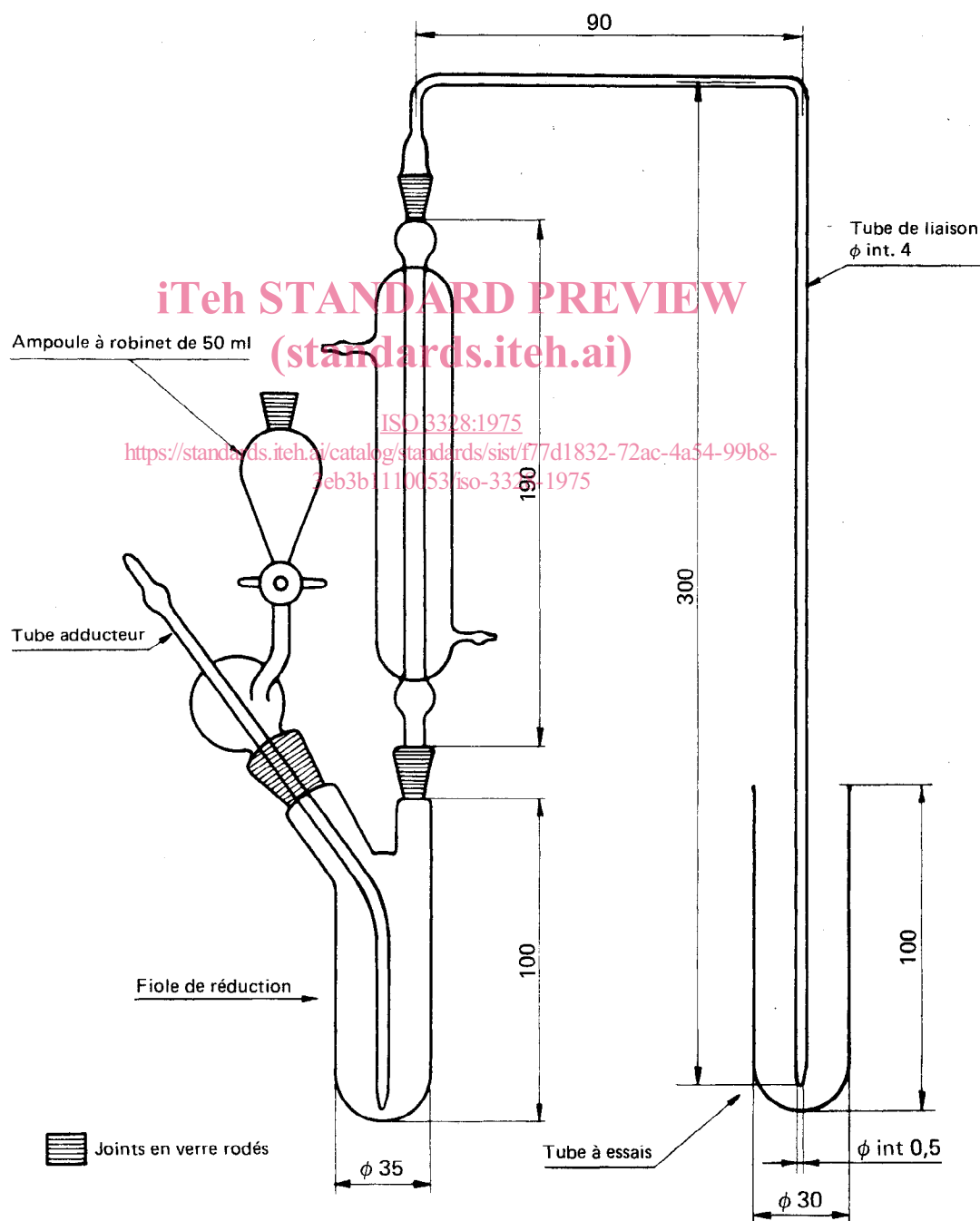


FIGURE – Appareil typique de réduction et distillation

ANNEXE

PUBLICATIONS ISO RELATIVES À L'ACIDE NITRIQUE À USAGE INDUSTRIEL

ISO/R 1980 – Détermination de l'acidité totale – Méthode volumétrique.

ISO/R 1981 – Dosage des composés nitreux – Méthode volumétrique.

ISO/R 1982 – Dosage du fer – Méthode photométrique au 2,2'-bipyridyle.

ISO/R 1983 – Dosage du résidu fixe sulfaté – Méthode gravimétrique.

ISO 2990 – Évaluation de la concentration en acide nitrique par mesurage de la masse volumique.

ISO 2991 – Dosage de l'azote ammoniacal – Méthode spectrophotométrique.

ISO 3328 – Dosage des sulfates – Méthode par réduction et titrimétrie.

ISO 3693 – Dosage des chlorures – Méthode potentiométrique.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 3328:1975](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f77d1832-72ac-4a54-99b8-3e5b1110053/iso-3328-1975)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f77d1832-72ac-4a54-99b8-3e5b1110053/iso-3328-1975>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3328:1975

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f77d1832-72ac-4a54-99b8-3eb3b1110053/iso-3328-1975>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3328:1975

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f77d1832-72ac-4a54-99b8-3eb3b1110053/iso-3328-1975>