

NORME FRANÇAISE ENREGISTRÉE	HYDROXYDE DE SODIUM A USAGE INDUSTRIEL DOSAGE DES COMPOSÉS SOUFRÉS Méthode par réduction et titrimétrie	NF T 20-428 Novembre 1976
--	--	---

AVANT-PROPOS

A sa date d'enregistrement, la présente norme reproduit la norme internationale ISO 3198 — première édition — août 1975.

*Le document mentionné au chapitre 2 « RÉFÉRENCES » fait l'objet de la norme française **NF T 20-421**.*

Enregistrée par décision du 76-11-22	© AFNOR 1976 Droits de reproduction et de traduction réservés pour tous pays.
--	--

Hydroxyde de sodium à usage industriel — Dosage des composés soufrés — Méthode par réduction et titrimétrie

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie une méthode de dosage des composés soufrés, par réduction et titrimétrie, dans l'hydroxyde de sodium à usage industriel.

La méthode est applicable aux produits dont la teneur en composés soufrés, exprimés en sulfate (SO_4), est égale ou supérieure à 5 mg/kg.

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 PRINCIPE

Réduction des composés soufrés en sulfure d'hydrogène par chauffage avec un mélange d'acide iodhydrique et d'acide hypophosphoreux.

Distillation du sulfure d'hydrogène, entraînement par de l'azote épuré en oxygène et absorption dans un mélange d'hydroxyde de sodium et d'acétone.

Titration du sulfure à l'aide d'une solution titrée de nitrate de mercure(II), en présence de dithizone comme indicateur.

4 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.

4.1 Acétone.

4.2 Azote, exempt d'oxygène.

4.3 Hydroxyde de sodium, solution 1 N environ.

4.4 Permanganate de potassium et chlorure de mercure(II), en solution, pour la purification de l'azote (4.2).

Dissoudre successivement, dans 100 ml d'eau, 2 g de permanganate de potassium (KMnO_4) et 7 g de chlorure de mercure(II) (HgCl_2), puis filtrer la solution.

4.5 Pyrogallol, solution pour la purification de l'azote (4.2).

Dissoudre 15 g de pyrogallol dans 25 ml d'eau; ajouter ensuite, en refroidissant, 150 ml d'une solution d'hydroxyde de potassium à 30 % (*m/m*).

4.6 Solution réductrice

Dans le ballon (J) de l'appareil (5.3), introduire successivement et en agitant :

- 50 ml d'acide hypophosphoreux (H_3PO_2), ρ 1,21 g/ml environ, solution à 50 % (*m/m*) environ;
- 100 ml d'acide chlorhydrique, ρ 1,19 g/ml environ, solution à 38 % (*m/m*) environ;
- 120 ml d'acide iodhydrique, ρ 1,97 g/ml environ, solution à 67 % (*m/m*) environ.

Relier le ballon au réfrigérant à reflux (K) et, tout en faisant barboter un léger courant d'azote (4.2), faire bouillir sous reflux durant 4 h.

Refroidir à la température ambiante sous courant d'azote (4.2) et conserver le réactif à l'abri de la lumière dans un flacon en verre sombre à bouchon rodé, purgé préalablement avec de l'azote (4.2).

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

Tester, à 0,000 1 g près, 0,142 0 g de sulfate de sodium anhydre, préalablement séché à 110 °C et 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 correspond à 96 μg de SO_4 .

4.8 Nitrate de mercure(II), solution titrée 0,05 M (= 0,1 N).

Dissoudre $10,85 \pm 0,01$ g d'oxyde de mercure(II) (HgO) dans 10 ml d'une solution d'acide nitrique, ρ 1,40 g/ml environ, solution à 68 % (*m/m*) environ, compléter le volume à 1 000 ml avec de l'eau et homogénéiser.

NOTE — Le titre de la solution ainsi préparée est suffisamment exact, compte tenu des faibles quantités de composés soufrés à doser. Un étalonnage n'est donc pas nécessaire.

Dans la plupart des laboratoires, on disposera cependant d'une solution titrée 0,1 N exactement, utilisée couramment pour le dosage des chlorures par mercurimétrie.