

éditée par l'association française de normalisation (afnor) — tour europe cédex 7 92080 paris la défense — tél. (1) 778-13-26

NORME FRANÇAISE ENREGISTRÉE	PRODUITS CHIMIQUES À USAGE INDUSTRIEL MÉTHODE GÉNÉRALE DE DOSAGE, À L'ÉTAT DE SULFATE, DE TRACES DE COMPOSÉS SOUFRÉS, PAR RÉDUCTION ET TITRIMÉTRIE	NF T 20-059 Mars 1982
<p>AVANT-PROPOS</p> <p><i>La présente norme reprend la norme internationale ISO 6228 adoptée par l'Organisation internationale de normalisation (ISO), toutefois dans le tableau en page 4 : remplacer « De 4,5 à 450 » par « De 45 à 450 ».</i></p>		
Enregistrée par décision du 1982-02-01 pour prendre effet le 1982-03-01		© afnor 1982 Droits de reproduction et de traduction réservés pour tous pays

afnor 81688

NF T 20-059 1^{er} tirage 82-02

Chemical products for industrial use — General method for determination of traces of sulphur compounds, as sulphate, by reduction and titrimetry

Chemische Produkte für industrielle Zwecke ; Allgemeines Verfahren zur Bestimmung von Spuren von Schwefelverbindungen als Sulfat durch Reduktion und Titration

1 Objet

La présente Norme internationale spécifie une méthode générale de dosage, à l'état de sulfate, de traces de composés soufrés, par réduction et titrimétrie dans les produits chimiques à usage industriel.

La Norme internationale relative au produit auquel la méthode est à appliquer doit spécifier, si nécessaire, la méthode selon laquelle le produit doit être traité afin de transformer les produits soufrés en sulfate, ainsi que toutes modifications à apporter à la méthode générale.

2 Domaine d'application

La méthode est applicable au dosage de quantités de sulfate (SO_4^{2-}) comprises entre 4,5 et 450 μg , soit en solution, soit, dans certains cas, directement dans la prise d'essai. Le volume de solution prélevé pour le dosage ne doit pas contenir plus de 2 ml d'eau, et la prise d'essai ne doit pas contenir plus de la quantité limite acceptable d'éléments interférents, comme spécifié dans la Norme internationale relative au produit auquel la méthode est à appliquer.

Le sulfate peut être directement présent dans le produit ou être obtenu par un traitement préalable approprié de l'échantillon contenant les composés soufrés, afin d'obtenir une solution d'essai.

La précision que la méthode permet d'atteindre est de $\pm 5\%$.

NOTE — La méthode permet de doser les sulfures (mais non les polysulfures) en présence d'autres composés soufrés, en remplaçant la solution réductrice par l'acide chlorhydrique.

3 Principe

Conversion préalable des composés soufrés d'une prise d'essai en sulfate si nécessaire, et réduction des ions sulfate en sulfure d'hydrogène par un mélange formé d'acide iodhydrique et d'acide phosphénique (hypophosphoreux), en présence d'acide chlorhydrique. Entrainement du sulfure d'hydrogène dans un courant d'azote et absorption dans une solution hydroacétonique d'hydroxyde de sodium. Titrage des ions sulfure par une solution titrée d'acétate ou de nitrate de mercure(II), en présence de diphenyl-1,5 thiocarbazon-3 (dithizone) comme indicateur.

4 Réactifs

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et 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 à 40 g/l.

4.4 Solution réductrice.

Dans un ballon de capacité 1 000 ml, à trois cols rodés et muni d'un réfrigérant à reflux à boules (voir, par exemple, figure 2), introduire, dans l'ordre et sous un courant de l'azote (4.2),

- 100 ml de solution d'acide iodhydrique, ρ 1,71 g/ml environ, solution à 57 % (*m/m*) environ;
- 25 ml de solution d'acide phosphénique (hypophosphoreux) (H_3PO_2), ρ 1,21 g/ml environ, solution à 50 % (*m/m*) environ;
- 100 ml de solution d'acide chlorhydrique, ρ 1,19 g/ml environ, solution à 38 % (*m/m*) environ.

Monter le réfrigérant à reflux sur le ballon et, en faisant barboter un léger courant de l'azote (4.2) dans la solution, faire bouillir sous reflux durant 4 h environ.

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

Conserver le réactif à l'abri de la lumière dans un flacon en verre sombre, muni d'un bouchon en verre rodé, et sous atmosphère d'azote obtenue en purgeant initialement le flacon avec de l'azote (4.2).

La solution reste stable durant plusieurs semaines.

NOTE — Ce réactif doit être préparé sous une hotte à fumées de façon à éliminer le chlorure d'hydrogène libéré.

4.5 Sulfate de sodium, solution étalon de référence, $c(\text{Na}_2\text{SO}_4) = 0,001 \text{ mol/l}$.

Peser, à 0,000 1 g près, 0,142 0 g de sulfate de sodium anhydre préalablement séché durant 2 h à 110 °C environ puis refroidi en dessiccateur. Le dissoudre dans 100 ml environ d'eau et transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 96 µg de SO_4^{2-} .

4.6 Sulfate de sodium, solution étalon de référence, $c(\text{Na}_2\text{SO}_4) = 0,000 1 \text{ mol/l}$.

Prélever 100,0 ml de la solution étalon de sulfate de sodium (4.5), les introduire dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 9,6 µg de SO_4^{2-} .

Préparer cette solution au moment de l'emploi.

4.7 Acétate de mercure(II), solution titrée, $c(\text{Hg}(\text{CH}_3\text{COO})_2) = 0,001 \text{ mol/l}$.

Peser, à 0,000 1 g près, 0,318 7 g d'acétate de mercure(II) $[\text{Hg}(\text{CH}_3\text{COO})_2]$, le dissoudre dans 100 ml environ d'eau et transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Compléter au volume et homogénéiser.

En variante, on peut employer la solution suivante :

4.7.1 Nitrate de mercure(II), solution titrée, $c(\text{Hg}(\text{NO}_3)_2) = 0,001 \text{ mol/l}$.

Peser $10,83 \pm 0,01$ g d'oxyde de mercure(II) (HgO), les placer dans un bécher de capacité appropriée (par exemple 100 ml) et les dissoudre dans 10 ml de 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.

NOTE — Cette solution peut également être préparée par dissolution d'une masse de 17,13 g de nitrate de mercure(II) monohydraté $[\text{Hg}(\text{NO}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}]$ dans de l'eau acidifiée par 1 ml de solution d'acide nitrique, ρ 1,40 g/ml environ.

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

Préparer cette dernière solution au moment de l'emploi.

4.8 Acétate de mercure(II), solution titrée, $c(\text{Hg}(\text{CH}_3\text{COO})_2) = 0,000 1 \text{ mol/l}$.

Prélever 100,0 ml de la solution d'acétate de mercure(II) (4.7), les introduire dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser.

Préparer cette solution au moment de l'emploi.

En variante, on peut employer la solution suivante :

4.8.1 Nitrate de mercure(II), solution titrée, $c(\text{Hg}(\text{NO}_3)_2) = 0,000 1 \text{ mol/l}$.

Prélever 100,0 ml de la solution de nitrate de mercure(II)

(4.7.1), les introduire dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser.

Préparer cette solution au moment de l'emploi.

NOTE — Les titres des solutions (4.7, 4.7.1, 4.8 et 4.8.1) ainsi préparées sont suffisamment exacts, compte tenu des faibles quantités d'ions sulfate à doser. Un étalonnage n'est donc pas nécessaire.

4.9 Diphényl-1,5 thiocarbazone-3 [Dithizone], solution à 0,5 g/l dans de l'acétone (4.1).

Le temps de conservation de cette solution est limité à 2 semaines.

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Appareil pour réduction et entraînement (du type, par exemple, représenté à la figure 1), dont tous les éléments sont raccordés par l'intermédiaire de joints rodés, à l'exception du joint flexible.

5.2 Microburette, graduée en 0,01 ml.

6 Mode opératoire

AVERTISSEMENT — Les sels de mercure sont toxiques et il faut les manipuler avec précaution. Afin d'éviter les risques de pollution des eaux de rejet par le mercure, conserver les solutions résiduelles provenant des titrages et les traiter selon l'annexe C.

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

Peser une masse de l'échantillon pour essai et préparer la solution d'essai suivant les modalités spécifiées dans la Norme internationale relative au produit considéré. La solution d'essai doit répondre aux conditions suivantes :

- la solution d'essai doit contenir dans son volume total, ou dans la partie aliquote prélevée pour la détermination, 2 ml d'eau au maximum et des quantités d'ions sulfate (SO_4^{2-}) comprises entre 4,5 et 450 µg;
- la solution d'essai doit être exempte des interférences indiquées dans l'annexe B ou avoir été traitée de manière à les éliminer.

NOTE — S'il s'agit d'un produit liquide, ou solide soluble dans les acides, dont la teneur présumée en ions sulfate de la prise d'essai est comprise entre 4,5 et 450 µg, introduire directement cette prise d'essai dans la fiole à réduction de l'appareil (5.1).

6.2 Essai de contrôle

Contrôler l'étanchéité de l'appareil (5.1) et son fonctionnement (réduction des composés soufrés et récupération quantitative du sulfure d'hydrogène dégagé) de la façon suivante.