

Revised.

ISO

ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

RECOMMANDATION ISO R 984

HYDROXYDE DE SODIUM À USAGE INDUSTRIEL
DOSAGE DE LA SILICE
MÉTHODE GRAVIMÉTRIQUE PAR INSOLUBILISATION

1^{ère} ÉDITION
Février 1969

REPRODUCTION INTERDITE

Le droit de reproduction des Recommandations ISO et des Normes ISO est la propriété des Comités Membres de l'ISO. En conséquence, dans chaque pays, la reproduction de ces documents ne peut être autorisée que par l'organisation nationale de normalisation de ce pays, membre de l'ISO.

Seules les normes nationales sont valables dans leurs pays respectifs.

Imprimé en Suisse

Ce document est également édité en anglais et en russe. Il peut être obtenu auprès des organisations nationales de normalisation.

HISTORIQUE

La Recommandation ISO/R 984, *Hydroxyde de sodium à usage industriel – Dosage de la silice – Méthode gravimétrique par insolubilisation*, a été élaborée par le Comité Technique ISO/TC 47, *Chimie*, dont le Secrétariat est assuré par l'Ente Nazionale Italiano di Unificazione (UNI).

Les travaux relatifs à cette question aboutirent, en 1966, à l'adoption d'un Projet de Recommandation ISO.

En décembre 1966, ce Projet de Recommandation ISO (N° 1093) fut soumis à l'enquête de tous les Comités Membres de l'ISO. Il fut approuvé, sous réserve de quelques modifications d'ordre rédactionnel, par les Comités Membres suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	Inde	Roumanie
Allemagne	Iran	Royaume-Uni
Autriche	Irlande	Suisse
Belgique	Israël	Tchécoslovaquie
Chili	Japon	Thaïlande
Corée, Rép. Dém. P. de	Nouvelle-Zélande	Turquie
Cuba	Pays-Bas	U.R.S.S.
Espagne	Pologne	Yougoslavie
France	Portugal	
Hongrie	R.A.U.	

Deux Comités Membres se déclarèrent opposés à l'approbation du Projet :

Italie
U.S.A.

Le Projet de Recommandation ISO fut alors soumis par correspondance au Conseil de l'ISO qui décida, en février 1969, de l'accepter comme RECOMMANDATION ISO.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO/R 984:1969

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b90a8b51-6c25-411d-9ae6-ff10a698ac9e/iso-r-984-1969>

HYDROXYDE DE SODIUM À USAGE INDUSTRIEL

DOSAGE DE LA SILICE

MÉTHODE GRAVIMÉTRIQUE PAR INSOLUBILISATION

1. OBJET

La présente Recommandation ISO décrit une méthode gravimétrique par insolubilisation pour le dosage de la silice dans l'hydroxyde de sodium à usage industriel.

2. DOMAINE D'APPLICATION

La méthode est applicable au dosage des teneurs en silice (SiO_2), rapportées à NaOH, supérieures ou égales à 0,01 % (m/m).

3. PRINCIPE

Insolubilisation de la silice par évaporation à sec de la prise d'essai préalablement dissoute et acidifiée (milieu chlorhydrique).

Dissolution des sels solubles et filtration de l'insoluble contenant de la silice. Lavage, récupération de la silice dans le filtrat et dans les eaux de lavage, filtration, lavage, séchage, calcination et pesée de l'insoluble.

Après traitement à chaud par l'acide fluorhydrique et l'acide sulfurique pour chasser la silice, nouvelle calcination et pesée.

La différence de masse représente la silice présente dans la prise d'essai.

4. RÉACTIFS

Au cours de l'analyse, n'utiliser que de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

4.1 *Acide chlorhydrique*, $d = 1,19$, solution à 38 % (m/m) ou 12 N environ.

4.2 *Acide fluorhydrique*, $d = 1,15$, solution à 40 % (m/m) environ.

4.3 *Acide sulfurique*, $d = 1,18$, solution à 25 % (m/m) ou 6 N environ.

4.4 *Nitrate d'argent*, solution nitrique à 5 g/l.

Dissoudre 0,5 g de nitrate d'argent dans un peu d'eau, ajouter 10 ml de solution d'acide nitrique, $d = 1,4$ environ, et compléter le volume à 100 ml.

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

Dissoudre 0,05 g de méthylorange dans de l'eau et compléter le volume à 100 ml.

5. APPAREILLAGE

5.1 *Matériel courant de laboratoire.*

5.2 *Creuset en platine*, de 30 mm environ de diamètre supérieur et de 30 mm environ de hauteur.

6. MODE OPÉRATOIRE

6.1 Prise d'essai

Peser, à 0,1 g près, dans un vase à peser à bouchon rodé, de 300 ml environ, une masse de l'échantillon pour essai (produit solide ou liquide)* contenant entre 40 et 45 g de NaOH.

6.2 Dosage

- 6.2.1 Transvaser quantitativement la prise d'essai (6.1) dans une capsule en porcelaine à fond plat de 15 cm environ de diamètre. S'il s'agit de produit solide, dissoudre avec 200 ml d'eau environ; s'il s'agit de produit liquide, diluer à 200 ml environ.
- 6.2.2 Ajouter 2 gouttes de la solution de méthylorange (4.5), neutraliser par la solution d'acide chlorhydrique (4.1) introduite lentement et ajouter un excès de 5 ml environ de cet acide. Evaporer à sec au bain d'eau bouillante, détacher et broyer le résidu à l'aide d'un agitateur à bout aplati, puis porter à l'étuve, à une température comprise entre 130 et 140 °C, pendant au moins 2 heures.
- 6.2.3 Laisser refroidir jusqu'à la température ambiante. Reprendre avec 10 ml environ de la solution d'acide chlorhydrique (4.1) en ayant soin de bien imprégner la masse et, après quelques minutes, ajouter 200 ml d'eau bouillante.
- 6.2.4 Porter au bain d'eau bouillante pendant 15 minutes environ et agiter pour dissoudre complètement les sels solubles.
- 6.2.5 Filtrer sur un filtre en papier sans cendre, à texture serrée (diamètre des pores compris entre 0,4 et 1 μ m), de 110 mm environ de diamètre. Laver l'insoluble et le filtre à l'eau bouillante jusqu'à ce que 10 ml de liquide sortant de l'entonnoir restent limpides pendant 5 minutes après y avoir ajouté 10 ml de la solution nitrique de nitrate d'argent (4.4). (Rejeter cet essai.)
- 6.2.6 Transvaser le filtrat et les eaux de lavage dans la capsule déjà utilisée et évaporer à sec au bain d'eau bouillante. Porter le résidu à l'étuve, à une température comprise entre 130 et 140 °C, pendant au moins 1 heure. Après refroidissement, ajouter 10 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.1) et 20 ml d'eau. Porter au bain d'eau bouillante pendant 5 à 10 minutes et agiter pour dissoudre les sels solubles. Filtrer et laver l'insoluble sur un autre filtre sans cendre, à texture serrée, en suivant les prescriptions données pour la première filtration (voir paragraphe 6.2.5).
- 6.2.7 Introduire les deux filtres et leur contenu dans le creuset en platine (5.2). Sécher à l'étuve à 110 °C, calciner au four, d'abord modérément pour incinérer les filtres, puis à une température comprise entre 1100 et 1200 °C pendant 1 heure. Refroidir dans un dessiccateur jusqu'à la température ambiante et peser.
- 6.2.8 Imprégner le résidu à l'aide de 3 ou 4 gouttes de la solution d'acide sulfurique (4.3) et ajouter environ 15 ml de la solution d'acide fluorhydrique (4.2). Evaporer lentement à sec sur une plaque chauffante, calciner une nouvelle fois au four, à une température comprise entre 1100 et 1200 °C, refroidir dans un dessiccateur jusqu'à la température ambiante et peser à nouveau.

* Voir Recommandation ISO/R 977, *Hydroxyde de sodium à usage industriel – Préparation et conservation de l'échantillon pour essai*, paragraphe 2.2.

7. EXPRESSION DES RÉSULTATS

La teneur en silice (SiO_2) est donnée, en pourcentage en masse, par la formule suivante :

$$100 \times \frac{M_1 - M_2}{E}$$

où

M_1 est la masse, en grammes, du creuset et de son contenu avant le traitement fluorhydrique (voir paragraphe 6.2.7);

M_2 est la masse, en grammes, du creuset et de son contenu après le traitement fluorhydrique (voir paragraphe 6.2.8);

E est la masse, en grammes, de la prise d'essai.

8. PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

Donner les indications suivantes :

- a) la référence à la méthode employée;
 - b) les résultats ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;
 - c) tous détails particuliers éventuels relevés au cours de l'essai;
 - d) toutes opérations non prévues dans la présente Recommandation ISO ou toutes opérations facultatives.
-