

Revised.

ISO

ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

**RECOMMANDATION ISO
R 992**

HYDROXYDE DE POTASSIUM À USAGE INDUSTRIEL
DOSAGE DES CHLORURES
MÉTHODE VOLUMÉTRIQUE DE VOLHARD

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 992, *Hydroxyde de potassium à usage industriel – Dosage des chlorures – Méthode volumétrique de Volhard*, 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° 1101) 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'	Hongrie	R.A.U.
Allemagne	Inde	Roumanie
Autriche	Irlande	Royaume-Uni
Belgique	Israël	Suisse
Brésil	Japon	Tchécoslovaquie
Chili	Nouvelle-Zélande	Thaïlande
Corée, Rép. Dém. P. de	Pays-Bas	Turquie
Cuba	Pologne	U.R.S.S.
Espagne	Portugal	Yougoslavie

Trois Comités Membres se déclarèrent opposés à l'approbation du Projet.

France
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.

HYDROXYDE DE POTASSIUM À USAGE INDUSTRIEL
DOSAGE DES CHLORURES
MÉTHODE VOLUMÉTRIQUE DE VOLHARD

1. OBJET

La présente Recommandation ISO décrit la méthode volumétrique de Volhard pour le dosage des chlorures dans l'hydroxyde de potassium à usage industriel.

2. DOMAINE D'APPLICATION

La méthode est applicable au dosage des chlorures dans l'hydroxyde de potassium à usage industriel, pour des teneurs supérieures à 0,05 % (m/m), exprimées en chlorure de potassium et rapportées à KOH.

Cas particulier

Dosage des chlorures en teneurs comprises entre 0,01 et 0,05 % (m/m), exprimées en chlorure de potassium et rapportées à KOH.

3. PRINCIPE

Précipitation de l'ion Cl^- par addition de nitrate d'argent en excès et titrage de cet excès par le thiocyanate d'ammonium en présence de sulfate de fer (III)-ammonium.

4. RÉACTIFS

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

- 4.1 *Acide nitrique*, $d = 1,4$ solution à 68 % (m/m) ou 14 N environ.
- 4.2 *Acide nitrique*, solution 0,2 N environ.
- 4.3 *Nitrate d'argent*, solution titrée 0,1 N (voir Note au chapitre 7).
- 4.4 *Thiocyanate d'ammonium*, solution titrée 0,1 N (voir Note au chapitre 7).
- 4.5 *Sulfate de fer (III)-ammonium*, solution nitrique.
Dissoudre 25 g de sulfate de fer (III)-ammonium hydraté $[(\text{NH}_4)_2 \text{SO}_4 \cdot \text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 24\text{H}_2\text{O}]$ dans 100 ml d'eau. Ajouter 50 ml de solution d'acide nitrique, $d = 1,4$ environ, et homogénéiser.
- 4.6 *Papier indicateur* au tournesol.

5. APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire.

6. MODE OPÉRATOIRE

6.1 Prise d'essai

Prélever 100,0 ml de la solution d'essai A* et les introduire dans une fiole conique de 500 ml.

6.2 Titrage

Neutraliser la solution d'essai (6.1) avec la solution d'acide nitrique (4.1) en présence d'un papier indicateur au tournesol (4.6). Ajouter ensuite 0,5 à 1 ml de la solution d'acide nitrique (4.1) en excès et refroidir sous eau courante jusqu'à la température ambiante.

Ajouter environ 3 ml de la solution de sulfate de fer (III)-ammonium (4.5).

Remplir une burette avec la solution titrée de nitrate d'argent (4.3) et une autre burette avec la solution titrée de thiocyanate d'ammonium (4.4). Laisser couler 0,20 ml de cette dernière solution (4.4) dans la solution d'essai, de façon à former le thiocyanate ferrique, composé de couleur rouge dont l'apparition constitue l'indication de fin de titrage.

Introduire ensuite la solution titrée de nitrate d'argent (4.3) jusqu'à disparition de la teinte rouge-rosée et en ajouter un excès d'environ 2 ml, mesurés à 0,05 ml près. Agiter pendant 4 à 5 minutes, puis filtrer sur un creuset filtrant, à plaque frittée de porosité comprise entre 5 et 15 μm , maintenu sous dépression. Laver trois fois la fiole conique et le creuset filtrant avec un peu (10 ml environ) de la solution d'acide nitrique (4.2) et titrer enfin l'excès de nitrate d'argent dans le filtrat en continuant l'addition de la solution titrée de thiocyanate d'ammonium (4.4) jusqu'à réapparition de la coloration rosâtre.

Décompter la goutte qui provoque le virage.

7. EXPRESSION DES RÉSULTATS

La teneur en chlore, exprimée en chlorure de potassium (KCl), est donnée, en pourcentage en masse, par la formule suivante :

$$(V - V_1) \times A \times \frac{500}{100} \times \frac{100}{E} = 3,7278 \times \frac{(V - V_1)}{E}$$

où

V est le volume, en millilitres, de la solution titrée de nitrate d'argent (4.3) utilisé;

V_1 est le volume, en millilitres, de la solution titrée de thiocyanate d'ammonium (4.4) utilisé (0,20 ml + volume employé pour le titrage en retour);

A est la masse, en grammes, de chlorure de potassium correspondant à 1 ml de solution 0,1 N de nitrate d'argent (valeur théorique 1 ml \triangleq 0,007 456 g de KCl);

E est la masse, en grammes, de la prise d'essai utilisée pour la préparation de la solution d'essai A*

NOTE. – Si les solutions titrées de nitrate d'argent (4.3) et de thiocyanate d'ammonium (4.4) n'ont pas exactement le titre indiqué dans la liste des réactifs, des facteurs de correction appropriés devront être utilisés pour le calcul.

* Voir Recommandation ISO/R 989, *Hydroxyde de potassium à usage industriel – Préparation de la solution d'essai*, paragraphe 5.2.

8. CAS PARTICULIER

Dosage des chlorures aux teneurs comprises entre 0,01 et 0,05 % (m/m), exprimées en chlorure de potassium.

8.1 Principe

Voir chapitre 3.

8.2 Réactifs

Voir chapitre 4 et modifier comme suit les paragraphes 4.3 et 4.4 :

8.2.1 *Nitrate d'argent*, solution titrée 0,02 N (voir Note au paragraphe 8.5).

8.2.2 *Thiocyanate d'ammonium*, solution titrée 0,02 N (voir Note au paragraphe 8.5).

8.3 Appareillage

8.3.1 *Matériel courant de laboratoire.*

8.3.2 *Microburettes* de 10 ml, graduées en 0,02 ml.

8.4 Mode opératoire

8.4.1 *Prise d'essai.* Voir paragraphe 6.1.

8.4.2 *Titration.* Effectuer le titrage selon les modalités décrites au paragraphe 6.2, en utilisant, toutefois, les solutions titrées de nitrate d'argent 0,02 N (8.2.1) et de thiocyanate d'ammonium 0,02 N (8.2.2) placées dans les microburettes (8.3.2) et en ajoutant systématiquement un volume total de solution titrée de nitrate d'argent (8.2.1) de 6,00 ml.

8.5 Expression des résultats

La teneur en chlore, exprimée en chlorure de potassium (KCl), est donnée en pourcentage en masse, par la formule suivante :

$$(6 - V_1) \times A \times \frac{500}{100} \times \frac{100}{E} = 0,74555 \frac{(6 - V_1)}{E}$$

où

6 est le volume, en millilitres, de la solution titrée de nitrate d'argent (8.2.1) utilisé;

V_1 est le volume, en millilitres, de la solution titrée de thiocyanate d'ammonium 0,02 N (8.2.2) utilisé (0,20 ml + volume employé pour le titrage en retour);

A est la masse, en grammes, de chlorure de potassium correspondant à 1 ml de solution 0,02 N de nitrate d'argent (valeur théorique 1 ml \cong 0,001 491 g de KCl);

E est la masse, en grammes, de la prise d'essai utilisée pour la préparation de la solution d'essai A*.

NOTE. – Si les solutions titrées de nitrate d'argent (8.2.1) et de thiocyanate d'ammonium (8.2.2) n'ont pas exactement le titre indiqué dans la liste des réactifs, des facteurs de correction appropriés devront être utilisés pour le calcul.

* Voir Note au bas de la page 6.