

# ISO

ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

## RECOMMANDATION ISO R 993

HYDROXYDE DE POTASSIUM À USAGE INDUSTRIEL

DOSAGE DES SULFATES

MÉTHODE GRAVIMÉTRIQUE À L'ÉTAT DE SULFATE DE BARYUM

---

1<sup>ère</sup> 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.

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO/R 993:1969

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/73d0ea73-b929-4761-8d8e-8e8bf74b65ef/iso-r-993-1969>

## HISTORIQUE

La Recommandation ISO/R 993, *Hydroxyde de potassium à usage industriel – Dosage des sulfates – Méthode gravimétrique à l'état de sulfate de baryum*, 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° 1102) 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 SULFATES

## MÉTHODE GRAVIMÉTRIQUE À L'ÉTAT DE SULFATE DE BARYUM

**1. OBJET**

La présente Recommandation ISO décrit une méthode gravimétrique de dosage des sulfates dans l'hydroxyde de potassium à usage industriel, pour des teneurs supérieures à 0,10 % (m/m), exprimées en sulfate de potassium et rapportées à KOH.

**2. PRINCIPE**

Précipitation des ions  $\text{SO}_4^{2-}$  à l'état de sulfate de baryum, en milieu acide chlorhydrique dilué. Séparation du précipité obtenu, calcination à 800 °C et pesée.

**3. RÉACTIFS**

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

3.1 *Acide chlorhydrique*, solution environ N.

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

3.3 *Acide sulfurique*,  $d = 1,83$ , solution à 93,6 % (m/m) ou 35 N environ.

3.4 *Chlorure de baryum dihydraté*, solution à 122 g/l, environ N.

3.5 *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.

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

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

**4. APPAREILLAGE**

4.1 *Matériel courant de laboratoire.*

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

## 5. MODE OPÉRATOIRE

### 5.1 Détermination préliminaire approximative de l'alcalinité totale de la solution d'essai

Prélever 20,0 ml de la solution d'essai A\* et les introduire dans une fiole conique de 500 ml. Ajouter environ 80 ml d'eau, 5 gouttes de la solution de méthylorange (3.6) et titrer avec la solution d'acide chlorhydrique (3.1) jusqu'à virage de l'indicateur du jaune à l'orange. Noter la quantité de la solution d'acide chlorhydrique (3.1) employée et rejeter la solution.

### 5.2 Détermination

5.2.1 *Prise d'essai.* Prélever 100,0 ml de la solution d'essai A\* et les introduire dans un bécher de capacité convenable (600 ml, par exemple).

5.2.2 *Dosage.* Acidifier la solution en ajoutant lentement le volume de la solution d'acide chlorhydrique (3.2) nécessaire pour la neutralisation (calculer ce volume en multipliant par 0,417 le volume, en millilitres, de la solution d'acide chlorhydrique (3.1) employé dans le dosage préliminaire de l'alcalinité totale de la solution d'essai, d'après le paragraphe 5.1).

Ajouter ensuite un excès de la solution d'acide chlorhydrique (3.2) de 2 ml environ\*\*.

Transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 200 ml, diluer jusqu'au trait de jauge et homogénéiser.

Filtrer sur un filtre sec en papier sans cendre et à texture serrée, de 90 mm de diamètre et rejeter les 10 premiers millilitres du filtrat. Prélever 100,0 ml du filtrat et les introduire dans un bécher de capacité convenable (600 ml, par exemple).

Porter à l'ébullition, arrêter le chauffage et ajouter, goutte à goutte, 10 ml de la solution de chlorure de baryum (3.4) (durée de l'addition environ 1 minute et 30 secondes).

Réchauffer jusqu'à ébullition, faire bouillir pendant 2 minutes. Porter sur un bain d'eau bouillante, maintenir pendant 2 heures, puis arrêter le chauffage et laisser reposer pendant environ 16 heures.

Filtrer sur un filtre en papier sans cendre, à texture serrée (diamètre des pores compris entre 0,4 et 1  $\mu\text{m}$  environ), de 90 mm environ de diamètre.

Entraîner le précipité sur le filtre et le laver à l'eau bouillante jusqu'à ce que 10 ml du liquide sortant de l'entonnoir restent limpides 5 minutes après y avoir ajouté 10 ml de la solution nitrique de nitrate d'argent (3.5). Introduire le filtre et son contenu dans le creuset en platine (4.2), préalablement taré après calcination au four à 800 °C et refroidissement dans un dessiccateur.

Sécher dans une étuve à 110 °C environ, calciner au four, d'abord modérément pour incinérer le filtre, en évitant l'inflammation, puis à 800 °C pendant 15 minutes.

Refroidir dans un dessiccateur jusqu'à la température ambiante et peser.

Si, toutefois, le précipité calciné avait un aspect grisâtre indiquant la présence de carbon graphitique, il faut avant de le peser, l'imprégner à l'aide d'une goutte de la solution d'acide sulfurique (3.3), puis le reporter au four et calciner à nouveau à 800 °C pendant 15 minutes.

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

\*\* L'addition finale de l'acide doit être effectuée assez rapidement de manière à maintenir la silice en solution et empêcher sa floculation, qui peut se produire lorsque la solution reste longtemps neutre ou légèrement alcaline. Cette simple précaution évite une insolubilisation préalable de la silice, opération longue et désagréable à exécuter.

## 6. EXPRESSION DES RÉSULTATS

La teneur en sulfates, exprimée en sulfate de potassium ( $K_2SO_4$ ) est donnée, en pourcentage en masse, par la formule suivante :

$$A \times \frac{200}{100} \times \frac{500}{100} \times \frac{100}{E} \times F = 1000 \times \frac{A \times F}{E} = 746,6 \times \frac{A}{E}$$

où

- A* est la masse, en grammes, du sulfate de baryum pesé;
- F* est le facteur de transformation de  $BaSO_4$  en  $K_2SO_4 = 0,7466$ ;
- E* est la masse, en grammes, de la prise d'essai utilisé pour la préparation de la solution d'essai A\*.

## 7. 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.

---

\* Voir Note au bas de la page 6.