

ISO

ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

RECOMMANDATION ISO R 2050

CHLORURE DE POTASSIUM À USAGE INDUSTRIEL
DOSAGE DU POTASSIUM
MÉTHODE PAR PHOTOMÉTRIE DE FLAMME EN ÉMISSION

1^{ère} ÉDITION

Août 1971

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 2050, *Chlorure de potassium à usage industriel – Dosage du potassium – Méthode par photométrie de flamme en émission*, 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 à l'adoption du Projet de Recommandation ISO N° 2050 qui fut soumis, en juillet 1970, à l'enquête de tous les Comités Membres de l'ISO.

Le Projet a été 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	Royaume-Uni
Autriche	Iran	Suisse
Belgique	Israël	Tchécoslovaquie
Chili	Italie	Thaïlande
Corée, Rép. de	Nouvelle-Zélande	U.R.S.S.
Espagne	Pays-Bas	U.S.A.
France	Pologne	
Grèce	Portugal	

Aucun Comité Membre ne se déclara opposé à l'approbation du Projet.

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

Recommandation ISO

R 2050

Août 1971

CHLORURE DE POTASSIUM À USAGE INDUSTRIEL
DOSAGE DU POTASSIUM
MÉTHODE PAR PHOTOMÉTRIE DE FLAMME EN ÉMISSION

1. OBJET

La présente Recommandation ISO décrit une méthode de dosage du potassium par photométrie de flamme en émission, dans le chlorure de potassium à usage industriel.

2. DOMAINE D'APPLICATION

La méthode décrite est applicable au dosage du potassium dans le chlorure de potassium à usage industriel, c'est-à-dire dans un produit dont la teneur minimale en KCL est de 95 % environ. Cette limite, exprimée conventionnellement en K ou en K_2O , correspond respectivement à 50 % ou à 60 % environ.

3. PRINCIPE

Mise en solution d'une prise d'essai prélevée à partir de l'échantillon pour laboratoire, préalablement broyé et tamisé.

Acidification à pH 1 après dilution appropriée, et pulvérisation de la solution obtenue dans le brûleur d'un spectrophotomètre de flamme.

Dosage du potassium par mesurage de l'intensité de la raie émise à 766 nm, comparativement à l'intensité obtenue pour des solutions témoins de chlorure de potassium acidifiées de la même manière.

4. RÉACTIFS

4.1 *Eau*. Au cours de l'analyse, n'utiliser que de l'eau distillée ou de l'eau d'une pureté équivalente.

Cette eau doit, en outre, satisfaire à l'essai suivant :

Le photomètre étant réglé de manière à obtenir une lecture de 0 (minimum de l'échelle) pour l'eau (4.1) et 100 environ (maximum de l'échelle) pour la solution témoin de potassium à 10 mg/l (voir paragraphe 6.3.1), la lecture obtenue pour l'eau évaporée en récipient exempt de potassium (platine, silice, etc.) jusqu'à réduction au cinquantième de son volume initial, ne doit pas dépasser 10.

4.2 *Acide sulfurique*, solution environ N, pratiquement exempte de potassium. Cette solution, diluée dix fois, ne doit pas donner au photomètre, dans les conditions exposées ci-avant au paragraphe 4.1, une lecture supérieure à 2.

4.3 *Potassium*, solution étalon à 4,000 g/l de potassium (K).
Peser, à 0,001 g près, 7,627 g de chlorure de potassium (KCl) préalablement séché à 400 °C puis refroidi dans un dessiccateur. Les dissoudre dans l'eau (4.1), diluer à 1000 ml dans une fiole jaugée et homogénéiser.
1 ml de cette solution étalon contient 4 mg de K.

5. APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et

- 5.1 *Papier filtre*, de texture assez fine pour retenir toute matière susceptible de boucher l'orifice du pulvérisateur ou du brûleur du photomètre, et ne libérant pas lui-même de fragments gênants.
- 5.2 *Spectrophotomètre de flamme*, muni d'un pulvérisateur-brûleur, alimenté de manière à exciter l'émission de la raie spectrale du potassium à 766 nm.

NOTE. – En présence d'autres cations que le potassium et spécialement du sodium, l'intensité des radiations du potassium est augmentée et ceci d'autant plus que la flamme est plus chaude. Pour rendre cette interférence de cations négligeable, il convient d'utiliser une flamme aussi «froide» que possible, en l'occurrence la flamme de combustion complète butane-air.

La sensibilité de l'appareil doit être réglable dans de larges limites, par exemple pour des concentrations en potassium de 10 à 100 mg/l à fond d'échelle. En outre, après une mise en régime du spectrophotomètre de 30 à 60 minutes, les lectures doivent être reproductibles et stables, 20 à 40 secondes après le début de la pulvérisation.

6. MODE OPÉRATOIRE

6.1 Préparation de l'échantillon pour essai

Broyer l'échantillon pour laboratoire jusqu'à passage total au tamis ayant une dimension nominale de maille de 500 μm .*

NOTE. – L'humidité de l'échantillon pour laboratoire peut varier de façon appréciable par suite du broyage et du tamisage. Il convient de déterminer l'humidité du produit broyé et tamisé (échantillon pour essai) avant d'y doser le potassium, de manière à pouvoir ramener ensuite le résultat au produit initial (échantillon pour laboratoire), dont l'humidité doit être également déterminée.

6.2 Détermination de l'humidité de l'échantillon pour laboratoire et de l'échantillon pour essai

Déterminer l'humidité des deux échantillons selon les prescriptions de la Recommandation ISO/R 2053, *Chlorure de potassium à usage industriel – Détermination de l'humidité*.

6.3 Etablissement de la courbe d'étalonnage

- 6.3.1 *Préparation des solutions témoins*. Dans une série de dix fioles jaugées de 1000 ml dans chacune desquelles ont été déjà placés 100 ml de la solution d'acide sulfurique (4.2), introduire les volumes de la solution étalon de potassium (4.3) indiqués dans le tableau suivant :

Solution étalon de potassium (4.3)	Masse correspondante de potassium
ml	mg
2,5	10
5,0	20
7,5	30
10,0	40
12,5	50
15,0	60
17,5	70
20,0	80
22,5	90
25,0	100

Compléter ensuite au volume avec l'eau (4.1) et homogénéiser.

L'acidité de ces solutions témoins est 0,1 N environ.

NOTE. – Ces concentrations pourront éventuellement être modifiées, selon les caractéristiques de l'appareillage utilisé, de manière que les mesurages puissent être effectués dans le domaine de sensibilité le meilleur de l'équipement utilisé.

D'autre part, l'intensité des radiations du potassium peut différer, à concentrations égales, selon l'anion présent et selon le pH de la solution. L'interférence due à l'anion est négligeable dans les conditions de ce dosage. Quant à l'influence du pH, elle est nulle lorsqu'on prend la précaution de fixer sa valeur, tant dans les solutions à analyser que dans les solutions témoins, entre 0,9 et 1,1.

* Voir Recommandation ISO/R 565, *Toiles métalliques et tôles perforées dans les tamis de contrôle – Dimensions nominales des ouvertures*, Tableau 1.

- 6.3.2 *Mesurages photométriques.* Mettre préalablement le photomètre (5.2) sous tension pendant le temps nécessaire à sa stabilisation. Régler la sensibilité de l'appareil et l'ouverture de la fente suivant les caractéristiques de l'appareillage utilisé, en assurant une largeur de la bande passante de 12 nm au maximum, centrée sur le maximum d'émission (valeur théorique 766 nm).

Pulvériser successivement les solutions témoins au sein de la flamme et mesurer l'intensité des radiations émises dans chaque cas.

Prendre soin de maintenir constante la quantité des solutions pulvérisées dans la flamme par unité de temps pendant toute la durée des mesurages.

- 6.3.3 *Tracé de la courbe d'étalonnage.* Tracer un graphique en portant, par exemple, sur l'axe des abscisses les concentrations en potassium et sur l'axe des ordonnées, en échelle logarithmique, les valeurs correspondantes des intensités lumineuses émises par les solutions témoins.

NOTE. - L'utilisation de cette courbe ne conduit qu'à des résultats approximatifs. Elle convient notamment pour exécuter un essai d'orientation.

Pour obtenir des résultats plus précis, il convient de procéder par interpolation en encadrant la mesure sur la solution d'essai par deux mesures obtenues sur des solutions témoins de teneurs en potassium suffisamment rapprochées.

6.4 Dosage

- 6.4.1 *Prise d'essai.* Peser, à 0,01 g près, 10,00 g d'échantillon pour essai préparé selon les indications du paragraphe 6.1

NOTE. - Si l'homogénéité de l'échantillon pour essai est certaine, cette masse peut être réduite, et il conviendra alors de réduire proportionnellement le volume d'eau de dissolution et de modifier en conséquence le calcul du résultat.

- 6.4.2 *Préparation de la solution d'essai.* Introduire la prise d'essai (6.4.1) dans un bécher de 400 ml et y ajouter 200 ml d'eau (4.1) froide. Chauffer jusqu'à ébullition et maintenir celle-ci, très modérée, pendant 15 minutes, après avoir recouvert le bécher d'un verre de montre.

Refroidir à une température de 20 °C, transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 1000 ml, compléter au volume avec l'eau (4.1) à 20 °C et homogénéiser. On obtient ainsi la solution A.

Filtrer sur un papier filtre (5.1) sec, un volume suffisant de la solution A, en rejetant les premières portions du filtrat et en recevant la solution filtrée dans un récipient sec.

Introduire 10 ml de cette solution A filtrée dans une fiole jaugée de 1000 ml. Ajouter 100 ml de la solution d'acide sulfurique (4.2), compléter au volume avec l'eau (4.1) et homogénéiser. On obtient ainsi la solution d'essai.

6.4.3 Mesurages photométriques

- 6.4.3.1 **MESURAGE D'ORIENTATION.** Effectuer un premier mesurage d'orientation de la solution d'essai (6.4.2), selon les modalités du paragraphe 6.3.2, en même temps que sont effectués les mesurages photométriques des solutions témoins (6.3.1). En déduire, en consultant la courbe d'étalonnage, la teneur approximative en potassium de la solution d'essai.

- 6.4.3.2 **MESURAGE PAR ENCADREMENT.** Effectuer un deuxième mesurage de la solution d'essai (6.4.2) par encadrement entre deux solutions témoins ne différant que de 2 mg/l de potassium.

Préparer ces solutions par dilution de la solution étalon (4.3) sans omettre l'addition de la solution d'acide sulfurique (4.2) de manière que l'acidité soit de l'ordre de 0,1 N (pH compris entre 0,9 et 1,1).

7. EXPRESSION DES RÉSULTATS

- 7.1 La concentration C , exprimée en milligrammes de potassium par litre, de la solution d'essai est donnée par la formule

$$C = C_1 + (C_2 - C_1) \frac{E_0 - E_1}{E_2 - E_1}$$

où

- C_1 est la concentration en potassium, en milligrammes par litre, de la solution témoin inférieure utilisée lors du dosage;
- C_2 est la concentration en potassium, en milligrammes par litre, de la solution témoin supérieure utilisée lors du dosage;
- E_0 est la valeur de la mesure correspondant à la solution d'essai;
- E_1 est la valeur de la mesure correspondant à C_1 ;
- E_2 est la valeur de la mesure correspondant à C_2 .

- 7.2 La teneur en potassium, exprimée en potassium (K), est donnée, en pourcentage en masse dans l'échantillon pour essai (produit broyé et tamisé), par la formule suivante :

$$C \times \frac{1}{1000} \times \frac{1000}{10} \times \frac{100}{10} = C$$

NOTE. - La prise d'essai et les dilutions sont telles que la teneur en % (m/m) est identique à la concentration en milligrammes par litre de la solution d'essai.

- 7.3 La teneur en potassium, exprimée en potassium (K), est donnée en pourcentage en masse dans l'échantillon pour laboratoire (produit non traité), par la formule

$$C \times \frac{100 - H}{100 - h}$$

où

- H est l'humidité de l'échantillon pour laboratoire, exprimée en pourcentage en masse (produit non traité);
- h est l'humidité de l'échantillon pour essai, exprimée en pourcentage en masse, (produit broyé et tamisé).

- 7.4 La teneur en potassium, exprimée en oxyde de potassium (K_2O), est donnée, en pourcentage en masse dans l'échantillon pour laboratoire (produit non traité), par la formule

$$C \times 1,205 \times \frac{100 - H}{100 - h}$$

8. REPRODUCTIBILITÉ

Les renseignements statistiques donnés ci-après proviennent de l'analyse d'un même produit, effectuée dans dix laboratoires, chaque fois par deux opérateurs exécutant chacun deux dosages :

- nombre total de dosages : 40
- moyenne arithmétique : 61,28 % en K_2O (m/m)
- écart-type : 0,213

9. PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

Le procès-verbal d'essai doit mentionner les indications suivantes :

- a)* la référence de 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.