

---

NORME INTERNATIONALE



984

---

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION • МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ • ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

---

## Hydroxyde de sodium à usage industriel — Dosage de la silice — Méthode photométrique au complexe silicomolybdique réduit

*Sodium hydroxide for industrial use — Determination of silica content — Reduced silico-molybdic complex photometric method*

ITCh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

Première édition — 1974-12-15

[ISO 984:1974](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a57e9d09-9819-4e08-a17c-57c34c268122/iso-984-1974>

## AVANT-PROPOS

L'ISO (Organisation Internationale de Normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (Comités Membres ISO). L'élaboration de Normes Internationales est confiée aux Comités Techniques ISO. Chaque Comité Membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du Comité Technique correspondant. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO, participent également aux travaux.

Les Projets de Normes Internationales adoptés par les Comités Techniques sont soumis aux Comités Membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes Internationales par le Conseil de l'ISO.

La Norme Internationale ISO 984 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 47, *Chimie*, et soumise aux Comités Membres en septembre 1973.

Elle a été approuvée par les Comités Membres des pays suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	Hongrie	<a href="https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a57e9d09-9819-4e08-a17c-57c34248122/iso-984-1974">ISO 984:1974</a>
Allemagne	Inde	Royaume-Uni
Autriche	Irlande	Suisse
Belgique	Italie	Tchécoslovaquie
Bulgarie	Nouvelle-Zélande	Thaïlande
Chili	Pays-Bas	Turquie
Egypte, Rép. arabe d'	Pologne	U.R.S.S.
Espagne	Portugal	Yougoslavie
France	Roumanie	

Cette Norme Internationale a également été approuvée par l'Union Internationale de Chimie Pure et Appliquée (IUPAC).

Aucun Comité Membre n'a désapprouvé le document.

Cette Norme Internationale annule et remplace la Recommandation ISO/R 984-1969, dont elle constitue une révision technique.

# Hydroxyde de sodium à usage industriel – Dosage de la silice – Méthode photométrique au complexe silicomolybdique réduit

## 1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie une méthode photométrique au complexe silicomolybdique réduit, pour le dosage de la silice dans l'hydroxyde de sodium à usage industriel. Cette méthode est applicable aux produits dont la teneur en silice ( $\text{SiO}_2$ ) est supérieure à 10 mg/kg.

## 2 RÉFÉRENCE

ISO 3195, *Hydroxyde de sodium à usage industriel – Prélèvement – Échantillon pour essai – Préparation de la solution principale pour l'exécution de certains dosages.*<sup>1)</sup>

## 3 PRINCIPE

Formation du complexe silicomolybdique oxydé (jaune), à pH  $1,1 \pm 0,2$ , en présence d'acide borique pour supprimer l'influence des fluorures.

Réduction sélective de ce complexe avec un mélange d'acide amino-naphtol-sulfonique (acide 4-amino-3-hydroxy-naphtalène-1-sulfonique), de métabisulfite de sodium et de sulfite de sodium, en présence d'acide oxalique et en milieu fortement acide, afin d'éliminer l'interférence des phosphates.

Mesurage photométrique du complexe coloré à une longueur d'onde aux environs de 795 nm.

## 4 RÉACTIFS

Au cours de l'analyse, n'utiliser que des réactifs de qualité analytique reconnue, et que de l'eau déminéralisée. Conserver tous les réactifs en flacons en polyéthylène.

**4.1 Acide sulfurique**, solution 9 N environ.

**4.2 Acide chlorhydrique**, solution 2 N environ.

**4.3 Acide borique**, solution saturée (environ 48 g/l).

**4.4 Acide oxalique**, solution à 100 g/l.

**4.5 Molybdate de sodium dihydraté** [ $\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ], solution à 140 g/l.

Dissoudre, dans un bêcher en polyéthylène, 35 g de ce réactif dans 200 ml d'eau à 50 °C environ. Refroidir jusqu'à la température ambiante, transvaser dans une fiole jaugée de 250 ml, compléter au volume et homogénéiser. Transvaser dans un flacon en polyéthylène.

Filtrer la solution avant l'emploi, si nécessaire.

## 4.6 Solution réductrice

**4.6.1** Dissoudre 7 g de sulfite de sodium anhydre dans 50 ml d'eau. Ajouter ensuite 1,5 g d'acide 4-amino-3-hydroxynaphtalène-1-sulfonique et les dissoudre en triturant.

**4.6.2** Dissoudre 90 g de métabisulfite de sodium anhydre dans 900 ml d'eau.

Mélanger les deux solutions (4.6.1) et (4.6.2), et compléter le volume à 1 000 ml. Filtrer si nécessaire, et conserver la solution au frais et à l'abri de la lumière, durant 15 à 20 jours au maximum.

**4.7 Chlorure de sodium**, solution à 70 g/l.

**4.8 Silice**, solution étalon correspondant à 0,500 g de  $\text{SiO}_2$  par litre.

Dans un creuset en platine, peser, à 0,001 g près

– soit 0,500 g de silice ( $\text{SiO}_2$ ) provenant d'acide silicique ( $\text{H}_2\text{SiO}_3$ ) calciné à 1 000 °C jusqu'à constance de masse, et refroidi en dessiccateur;

– soit 0,500 g de quartz pur finement broyé et préalablement calciné durant 1 h à 1 000 °C, et redroïdi en dessiccateur.

Ajouter, dans le creuset, 5 g de carbonate de sodium anhydre. Bien mélanger, de préférence avec une spatule en platine, et faire fondre soigneusement. Laisser refroidir, ajouter de l'eau chaude, chauffer modérément jusqu'à complète dissolution, refroidir, transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser. Transvaser immédiatement dans un flacon en polyéthylène.

1 ml de cette solution contient 0,500 mg de  $\text{SiO}_2$ .

1) Actuellement au stade de projet.

**4.9 Silice**, solution étalon correspondant à 10 mg de SiO<sub>2</sub> par litre.

Prélever 20,0 ml de la solution étalon de silice (4.8), les introduire dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution contient 0,010 mg de SiO<sub>2</sub>.

Préparer cette solution étalon au moment de l'emploi.

**4.10 Phénolphtaléine**, solution à 10 g/l dans l'éthanol à 95 % (V/V).

## 5 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et

### 5.1 Spectrophotomètre, ou

**5.2 Photocolorimètre**, muni de cuves de 2 cm et de filtres assurant une transmission maximale aux environs de 795 nm.

NOTE — À défaut des filtres ci-dessus, opérer à 680 nm environ et en cuve de 4 cm.

## 6 MODE OPÉRATOIRE

### 6.1 Prise d'essai

**6.1.1** Peser, à 0,01 g près, dans un bécher en polyéthylène de 100 ml, 13 ± 0,1 g de la solution A (voir 4.3 d'ISO 3195) conservée dans un récipient en matière non siliceuse et contenant 40 g de l'échantillon pour essai dans 1 000 ml. Pendant cette opération, éviter tout contact de la solution avec du verre.

**6.1.2** Déterminer d'autre part, à 0,01 g près, la masse de 10,0 ml de la solution A, prélevée à la pipette ou à la burette, afin de pouvoir convertir en volume la masse de la prise d'essai (6.1.1) lors du calcul des résultats.

### 6.2 Essai à blanc

Effectuer, parallèlement au dosage, un essai à blanc en suivant le même mode opératoire et en employant les mêmes quantités de tous les réactifs que celles utilisées pour le dosage (6.4) mais en remplaçant les 10,0 ml de la solution A par 10,0 ml de la solution de chlorure de sodium (4.7).

### 6.3 Établissement de la courbe d'étalonnage

**6.3.1 Préparation des solutions témoins**, pour des mesurages photométriques en cuves de 2 cm à une longueur d'onde aux environs de 795 nm ou en cuves de 4 cm pour des mesurages à 680 nm environ.

Dans une série de quatre béchers en polyéthylène de 100 ml, introduire les volumes de la solution étalon de silice (4.9) indiqués dans le tableau suivant :

Solution étalon de silice (4.9)	Masse correspondante de SiO <sub>2</sub>
ml	mg
0 *	0
2,0	0,02
5,0	0,05
10,0	0,10

\* Solution de compensation

Poursuivre, pour chaque bécher, de la manière suivante.

Ajouter 10,0 ml de la solution de chlorure de sodium (4.7), diluer à 25 ml puis ajouter, en agitant, 7,5 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.2), 20 ml de la solution d'acide borique (4.3) et 10 ml de la solution de molybdate de sodium (4.5).

Le pH de la solution est alors 1,1 environ. Attendre 10 min, puis ajouter, en agitant, 5 ml de la solution d'acide oxalique (4.4) et 20 ml de la solution d'acide sulfurique (4.1). Laisser reposer durant 2 min puis ajouter 2 ml de la solution réductrice (4.6), transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 100 ml, compléter au volume et homogénéiser.

### 6.3.2 Mesures photométriques

Après 10 min, mais avant 40 min, effectuer les mesurages au spectrophotomètre (5.1) à une longueur d'onde aux environs de 795 nm, ou au photocolorimètre (5.2) muni de filtres appropriés, après avoir ajusté l'appareil au zéro d'absorbance par rapport à la solution de compensation.

### 6.3.3 Tracé de la courbe

Tracer un graphique en portant, par exemple, sur l'axe des abscisses, les masses, exprimées en milligrammes, de silice (SiO<sub>2</sub>) contenues dans 100 ml de solution témoin et, sur l'axe des ordonnées, les valeurs correspondantes de l'absorbance.

## 6.4 Dosage

### 6.4.1 Développement de la coloration

Ajouter 1 goutte de la solution de phénolphtaléine (4.10) à la prise d'essai (6.1), contenue dans un bécher en polyéthylène de 100 ml, et neutraliser à l'aide de la solution d'acide chlorhydrique (4.2). Ajouter 10 ml d'eau puis, en agitant, 7,5 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.2), 20 ml de la solution d'acide borique (4.3) et 10 ml de la solution de molybdate de sodium (4.5). Attendre 10 min puis ajouter, en agitant, 5 ml de la solution d'acide oxalique (4.4) et 20 ml de la solution d'acide sulfurique (4.1). Laisser reposer durant 2 min puis ajouter 2 ml de la solution réductrice (4.6), transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 100 ml, compléter au volume et homogénéiser.

#### 6.4.2 Mesure photométrique

Après 10 min, mais avant 40 min, effectuer le mesurage photométrique en suivant le mode opératoire spécifié en 6.3.2, après avoir ajusté l'appareil au zéro d'absorbance par rapport à la solution de l'essai à blanc (6.2).

### 7 EXPRESSION DES RÉSULTATS

Au moyen de la courbe d'étalonnage (6.3.3), déterminer la quantité de SiO<sub>2</sub> correspondant à la valeur de la mesure photométrique.

La teneur en silice, exprimée en milligrammes de silice (SiO<sub>2</sub>) par kilogramme, est donnée par la formule

$$m_1 \times \frac{1\,000}{m_2 \times \frac{10}{m_3}} \times \frac{1\,000}{m_0} = \frac{m_1 m_3}{m_0 m_2} \times 10^5$$

où

$m_0$  est la masse, en grammes, de l'échantillon pour essai, mise en œuvre pour préparer la solution A;

$m_1$  est la masse, en milligrammes, de SiO<sub>2</sub> trouvée lors du dosage;

$m_2$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai (6.1.1);

$m_3$  est la masse, en grammes, de 10,0 ml de la solution A (voir 4.3 d'ISO 3195), suivant les modalités spécifiées en 6.1.2.

### 8 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

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

- a) référence de la méthode utilisée;
- b) résultats, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;
- c) compte rendu de tous détails particuliers relevés éventuellement au cours de l'essai;
- d) compte rendu de toutes opérations non prévues dans la présente Norme Internationale ou dans la Norme Internationale à laquelle il est fait référence, ou facultatives.

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

[ISO 984:1974](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a57e9d09-9819-4e08-a17c-57c34c268122/iso-984-1974)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a57e9d09-9819-4e08-a17c-57c34c268122/iso-984-1974>

Page blanche

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

ISO 984:1974

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a57e9d09-9819-4e08-a17c-57c34c268122/iso-984-1974>

Page blanche

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

ISO 984:1974

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a57e9d09-9819-4e08-a17c-57c34c268122/iso-984-1974>

Page blanche

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

ISO 984:1974

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a57e9d09-9819-4e08-a17c-57c34c268122/iso-984-1974>