
NORME INTERNATIONALE



992

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

Hydroxyde de potassium à usage industriel — Dosage des chlorures — Méthode mercurimétrique

Potassium hydroxide for industrial use — Determination of chlorides content — Mercurimetric method

iTeh STANDARD PREVIEW
Première édition — 1975-02-15
(standards.iteh.ai)

[ISO 992:1975](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/64b708a5-076b-480c-a0ec-4de08f08ff39/iso-992-1975)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/64b708a5-076b-480c-a0ec-4de08f08ff39/iso-992-1975>

CDU 661.832.23 : 546.132 : 543.24

Réf. N° : ISO 992-1975 (F)

Descripteurs : hydroxyde de potassium, analyse chimique, dosage, chlorure, méthode mercurimétrique.

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 992 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	ISO 992:1975
Allemagne	Inde	Royaume-Uni
Autriche	Irlande	Suisse
Belgique	Israël	Tchécoslovaquie
Bulgarie	Italie	Thaïlande
Chili	Nouvelle-Zélande	Turquie
Égypte, Rép. arabe d'	Pays-Bas	U.R.S.S.
Espagne	Pologne	Yougoslavie
France	Portugal	

Aucun Comité Membre n'a désapprouvé le document.

Cette Norme Internationale annule et remplace la Recommandation ISO/R 992-1969, dont elle constitue une révision technique.

Hydroxyde de potassium à usage industriel – Dosage des chlorures – Méthode mercurimétrique

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie une méthode mercurimétrique de dosage des chlorures dans l'hydroxyde de potassium à usage industriel.

La méthode est applicable aux produits dont la teneur en chlorures, exprimés en chlore (Cl), est supérieure à 25 mg/kg.

NOTE – Si l'on utilise une solution titrée de nitrate de mercure(II) 0,02 N, la méthode est applicable aux produits dont la teneur en chlorures, exprimés en chlore (Cl), est supérieure à 10 mg/kg.

2 RÉFÉRENCE

ISO 2466, *Hydroxyde de potassium à usage industriel – Prélèvement – Échantillon pour essai – Préparation de la solution principale pour l'exécution de certains dosages.*

3 PRINCIPE

Titration de l'ion Cl^- par le nitrate de mercure(II), en présence de diphenylcarbazone comme indicateur.

4 RÉACTIFS

Au cours de l'analyse, n'utiliser que des réactifs de qualité analytique reconnue, et que de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

4.1 Acide nitrique, ρ 1,40 g/ml environ, solution à 68 % (m/m) ou 14 N environ, dont la teneur en chlorures, exprimés en chlore (Cl), n'est pas supérieure à 1 mg/kg.

4.2 Acide nitrique, solution 2 N environ.

4.3 Hydroxyde de sodium, solution 2 N environ.

4.4 Chlorure de sodium, solution étalon de référence 0,05 N.¹⁾

Peser, à 0,000 1 g près, 2,922 1 g de chlorure de sodium, séché au préalable durant 1 h à 500 °C, puis refroidi dans un dessiccateur, les dissoudre dans de l'eau dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser.

4.5 Témoin de virage

Introduire, dans une fiole conique de 500 ml, 200 ml d'eau, 3 gouttes de la solution de bleu de bromophénol (4.7) et de la solution d'acide nitrique (4.2), ajouté goutte à goutte, jusqu'à virage du bleu au jaune. Ajouter un excès de 3 gouttes de cet acide, 0,5 à 1,0 ml de la solution de diphenylcarbazone (4.8) et le volume de la solution tirée de nitrate de mercure(II) (4.6), contenue dans une burette, nécessaire pour faire virer la solution du jaune au mauve (soit 2 gouttes).

Préparer ce témoin au moment de l'emploi.

4.6 Nitrate de mercure(II), solution titrée 0,05 N.

4.6.1 Préparation de la solution

Peser $5,43 \pm 0,01$ g d'oxyde de mercure(II) (HgO), dissoudre dans 10 ml de la solution d'acide nitrique (4.1) en fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser.

Étalonner cette solution d'après le mode opératoire spécifié en 4.6.2, et ajuster éventuellement au titre exact.

NOTE – L'opérateur capable de distinguer facilement le virage de la diphenylcarbazone utilisera avantageusement une solution titrée 0,02 N (2,18 g de HgO dans 1 000 ml, étalonnée avec une solution étalon de référence de chlorure de sodium contenant 1,168 8 g de NaCl dans 1 000 ml) afin d'augmenter la sensibilité de la méthode.

4.6.2 Étalonnage de la solution

Introduire, dans une fiole conique de 500 ml, 40,0 ml de la solution étalon de référence de chlorure de sodium (4.4), 160 ml d'eau et 3 gouttes de la solution de bleu de bromophénol (4.7). Ajouter la solution d'acide nitrique (4.2), goutte à goutte, jusqu'à virage de l'indicateur du bleu au jaune, ajouter un excès de 3 gouttes de cet acide, puis un volume de la solution de diphenylcarbazone (4.8) identique à celui qui est introduit dans le témoin de virage (4.5). Titrer le chlorure à l'aide de la solution de nitrate de mercure(II) à étalonner (4.6.1) jusqu'à l'égalité de teintes mauves avec le témoin de virage (4.5) et décompter le volume de la solution de nitrate de mercure(II) (4.6.1) introduit lors de la préparation de ce témoin de virage (2 gouttes).

Le volume correspondant au titre spécifié est 40,00 ml.

1) Voir note en 4.6.1.

4.7 Bleu de bromophénol, solution à 1 g/l dans l'éthanol à 95 % (V/V).

4.8 Diphénylcarbazone, solution à 5 g/l dans l'éthanol à 95 % (V/V).

Conserver cette solution au réfrigérateur, et la remplacer lorsqu'elle ne donne pas un virage suffisamment net.

5 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire.

6 MODE OPÉRATOIRE

6.1 Prise d'essai

Peser, à 0,1 g près, dans un vase à peser muni de son couvercle, une masse de l'échantillon pour essai, solide ou liquide, correspondant à 25 g de KOH. (Voir ISO 2466).

6.2 Dosage

6.2.1 Préparation de la solution d'essai

Introduire la prise d'essai (6.1) dans une fiole conique de 500 ml. Ajouter 100 ml d'eau puis, avec précaution, 30 ml de la solution d'acide nitrique (4.1). Refroidir à la température ambiante, introduire 3 gouttes de la solution de bleu de bromophénol (4.7) et poursuivre l'addition de la solution d'acide nitrique (4.1) jusqu'à virage du bleu au jaune.

Ajouter alors de la solution d'hydroxyde de sodium (4.3), goutte à goutte, jusqu'à virage au bleu, puis de la solution d'acide nitrique (4.2) jusqu'à virage au jaune et enfin un excès de 3 gouttes de cet acide. Diluer à 200 ml environ.

6.2.2 Titration

Ajouter, à la solution d'essai (6.2.1), un volume de la solution de diphénylcarbazone (4.8) identique à celui qui est introduit dans le témoin de virage (4.5) et titrer le chlorure à l'aide de la solution titrée de nitrate de mercure(II) (4.6) jusqu'à l'égalité de teintes mauves avec le témoin de virage (4.5).

7 EXPRESSION DES RÉSULTATS

La teneur en chlorures, exprimée en milligrammes de chlore (Cl) par kilogramme, est donnée par la formule

$$(V_0 - V_1) \times \frac{1\,000}{m} \times 1,773 = \frac{1\,773 (V_0 - V_1)}{m}$$

où

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai;

V_0 est le volume, en millilitres, de la solution titrée de nitrate de mercure(II) (4.6) utilisé pour le titrage;

V_1 est le volume, en millilitres, de la solution titrée de nitrate de mercure(II) (4.6) utilisé pour le témoin de virage (4.5);

1,773 est la masse, en milligrammes, de chlore (Cl) correspondant à 1 ml de la solution titrée de nitrate de mercure(II) (4.6).

Exprimer le résultat à 1 mg/kg près.

NOTES

1 Si l'on a utilisé les solutions 0,02 N de nitrate de mercure(II) et de chlorure de sodium, la formule devient

$$\frac{709,1 (V_0 - V_1)}{m}$$

2 Si la solution titrée employée n'a pas exactement la concentration prévue dans la liste des réactifs, une correction appropriée doit être appliquée.

8 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

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

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