
NORME INTERNATIONALE**993**

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

Hydroxyde de potassium à usage industriel — Dosage des sulfates — Méthode gravimétrique à l'état de sulfate de baryum

Potassium hydroxide for industrial use — Determination of sulphate content — Barium sulphate gravimetric method

Première édition — 1976-04-15

A zmmulca
1990-05-24

CDU 661.312.1 : 546.226 : 543.21

Réf. n° : ISO 993-1976 (F)

Descripteurs : hydroxyde de potassium, analyse chimique, dosage, sulfate, méthode gravimétrique.

Prix basé sur 3 pages

AVANT-PROPOS

L'ISO (Organisation Internationale de Normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (Comités Membres ISO). L'élaboration des 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.

Avant 1972, les résultats des travaux des Comités Techniques étaient publiés comme Recommandations ISO; maintenant, ces documents sont en cours de transformation en Normes Internationales. Compte tenu de cette procédure, le Comité Technique ISO/TC 47 a examiné la Recommandation ISO/R 993 et est d'avis qu'elle peut, du point de vue technique, être transformée en Norme Internationale. La présente Norme Internationale remplace donc la Recommandation ISO/R 993-1969 à laquelle elle est techniquement identique.

La Recommandation ISO/R 993 avait été approuvée par les Comités Membres des pays suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	Espagne	Portugal
Allemagne	Hongrie	Roumanie
Autriche	Inde	Royaume-Uni
Belgique	Irlande	Suisse
Brésil	Israël	Tchécoslovaquie
Chili	Japon	Thaïlande
Corée, Rép. dém. p. de	Nouvelle-Zélande	Turquie
Cuba	Pays-Bas	U.R.S.S.
Égypte, Rép. arabe d'	Pologne	Yougoslavie

Les Comités Membres des pays suivants avaient désapprouvé la Recommandation pour des raisons techniques :

France*
Italie
U.S.A.

* Ultérieurement, ce Comité Membre a approuvé la Recommandation.

Le Comité Membre du pays suivant a désapprouvé la transformation de la Recommandation ISO/R 993 en Norme Internationale :

Royaume-Uni

Hydroxyde de potassium à usage industriel – Dosage des sulfates – Méthode gravimétrique à l'état de sulfate de baryum

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie une méthode gravimétrique à l'état de sulfate de baryum **M** dosage des sulfates dans l'hydroxyde de potassium à usage industriel.

La méthode est applicable aux produits dont la teneur en sulfates, exprimée en sulfate de potassium et rapportée à KOH, est égale ou supérieure à 0,10 % (m/m).

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

Précipitation des sulfates à l'état de sulfate de baryum, en milieu acide chlorhydrique dilué.

Séparation du précipité obtenu, calcination à 800 ± 25 °C et pesée.

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 chlorhydrique, ρ 1,19 g/ml environ, solution à 38 % (m/m) ou 12 N environ.

4.2 Acide sulfurique, ρ 1,84 g/ml environ, solution à 96 % (m/m) ou 36 N environ.

4.3 Chlorure de baryum dihydraté ($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), solution à 122 g/l ou 1 N environ.

4.4 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, ρ 1,40 g/ml environ, et compléter le volume à 100 ml **avec de l'eau.**

4.5 Méthylorange, solution à 0,5 g/l.

5 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Creuset en platine, avec couvercle, de diamètre supérieur 30 mm environ et de hauteur 30 mm environ.

5.2 Étuve électrique, réglable à 110 ± 2 °C.

5.3 Four électrique, réglable à 800 ± 25 °C.

6 MODE OPÉRATOIRE

6.1 Prise d'essai

Peser à 0,01 g près, une masse de l'échantillon pour essai, solide ou liquide, correspondant à 10 g environ de KOH (voir ISO 2466).

6.2 Préparation de la solution d'essai

Introduire la prise d'essai (6.1) dans un bécher de 600 ml. S'il s'agit d'un produit solide, dissoudre la prise d'essai dans 100 ml environ d'eau; s'il s'agit d'un produit liquide, diluer à 100 ml environ. Ajouter 5 gouttes de la solution de méthylorange (4.5) et, lentement et en agitant, le volume de la solution d'acide chlorhydrique (4.1) nécessaire pour la neutralisation. Ajouter encore, *sans attendre*, un excès de 2 ml de cet acide.

Transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 200 ml, compléter au volume et homogénéiser.

Filtrer sur un filtre sec en papier sans cendre et à texture serrée, de diamètre 90 mm environ, et rejeter les premiers 10 ml du filtrat.

6.3 Dosage

Prélever 100,0 ml de la solution d'essai (6.2) et les introduire dans un bécher de capacité convenable (par exemple 600 ml). Porter à l'ébullition, agiter continuellement et ajouter, goutte à goutte, 10 ml de la solution de chlorure de baryum (4.3) (durée de l'addition 90 s environ).

Prolonger l'ébullition durant 2 min sans interrompre l'agitation. Placer sur un bain d'eau bouillante, maintenir durant 2 h, puis arrêter le chauffage et laisser reposer durant 16 h environ.

Filtrer sur un filtre en papier sans cendre et à texture serrée (diamètre des pores compris entre 0,4 et 1 µm environ), de diamètre 90 mm environ.

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 min après y avoir ajouté 10 ml de la solution nitrique de nitrate d'argent (4.4).

Introduire le filtre et son contenu dans le creuset en platine (5.1) préalablement taré à 0,000 1 g près, après calcination au four (5.3) réglé à 800 ± 25 °C et refroidissement en dessiccateur.

Placer le creuset et son contenu dans l'étuve (5.2) réglée à 110 ± 2 °C, jusqu'à dessiccation complète. Calciner ensuite au four (5.3), d'abord modérément pour incinérer le filtre, en évitant l'inflammation, puis à 800 ± 25 °C durant 15 min. Laisser refroidir en dessiccateur jusqu'à la température ambiante et peser à 0,000 1 g près.

Si, toutefois, le précipité calciné a un aspect grisâtre indiquant la présence de carbone graphitique, avant de le peser, l'imprégner à l'aide d'1 goutte de la solution d'acide sulfurique (4.2), puis le reporter au four, de nouveau calciner à 800 ± 25 °C durant 15 min et laisser refroidir en dessiccateur jusqu'à la température ambiante.

7 EXPRESSION DES RÉSULTATS

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

$$m_1 \times \frac{200}{100} \times \frac{100}{m_0} \times 0,746\ 6 = 149,32 \frac{m_1}{m_0}$$

où

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai (6.1);

m_1 est la masse, en grammes, du sulfate de baryum pesé;

0,746 6 est le facteur de conversion du $BaSO_4$ en K_2SO_4 .

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 éventuels relevés 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 de toutes opérations facultatives.

ANNEXE

PUBLICATIONS ISO RELATIVES À L'HYDROXYDE DE POTASSIUM À USAGE INDUSTRIEL

ISO 990 – Détermination du titre.

ISO 991 – Dosage des carbonates – Méthode gazométrique.

ISO 992 – Dosage des chlorures – Méthode mercurimétrique.

ISO 993 – Dosage des sulfates – Méthode gravimétrique à l'état de sulfate de baryum.

ISO 994 – Dosage du fer – Méthode photométrique à la 1,10-phénanthroline.

ISO 995 – Dosage de la silice – Méthode photométrique au molybdosilicate réduit.

ISO 996 – Dosage de la silice – Méthode gravimétrique par précipitation du molybdosilicate de quinoléine.

ISO 997 – Dosage du calcium – Méthode complexométrique à l'EDTA (sel disodique).

ISO 1550 – Dosage du sodium – Méthode par spectrophotométrie de flamme en émission.

ISO 2466 – Prélèvement – Échantillon pour essai – Préparation de la solution principale pour l'exécution de certains dosages.

ISO 2900 – Dosage du dioxyde de carbone – Méthode titrimétrique.

ISO 3177 – Dosage des chlorures – Méthode photométrique.

ISO 3194 – Dosage des composés soufrés – Méthode par réduction et titrimétrie.

ISO 3698 – Dosages du calcium et du magnésium – Méthode par absorption atomique dans la flamme.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 993:1976

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/82b84c07-75b8-45d0-a4c8-41e57b0fa2db/iso-993-1976>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 993:1976

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/82b84c07-75b8-45d0-a4c8-41e57b0fa2db/iso-993-1976>