
NORME INTERNATIONALE



995

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

Hydroxyde de potassium à usage industriel — Dosage de la silice — Méthode photométrique au molybdosilicate réduit

Potassium hydroxide for industrial use — Determination of silica content — Reduced molybdosilicate photometric method

iTeh STANDARD PREVIEW

Première édition — 1975-09-01

(standards.iteh.ai)

[ISO 995:1975](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/68cbac8c-d1b0-4a1a-a39b-803a0c4dab40/iso-995-1975)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/68cbac8c-d1b0-4a1a-a39b-803a0c4dab40/iso-995-1975>

CDU 661.832.23 : 546.284 : 543.42.062

Réf. n° : ISO 995-1975 (F)

Descripteurs : hydroxyde de potassium, analyse chimique, dosage, silice, méthode spectrophotométrique.

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 995 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 47, *Chimie*, et soumise aux Comités Membres en juillet 1973.

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

Afrique du Sud, Rép. d'	France	Roumanie
Allemagne	Hongrie	Royaume-Uni
Australie	Inde	Suède
Autriche	Irlande	Suisse
Belgique	Israël	Tchécoslovaquie
Bulgarie	Nouvelle-Zélande	Thaïlande
Chili	Pays-Bas	Turquie
Egypte, Rép. arabe d'	Pologne	U.R.S.S.
Espagne	Portugal	

Aucun Comité Membre n'a désapprouvé le document.

Cette Norme Internationale annule et remplace la Recommandation ISO/R 995-1969, dont elle constitue une révision technique.

Hydroxyde de potassium à usage industriel – Dosage de la silice – Méthode photométrique au molybdosilicate réduit

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie une méthode photométrique au molybdosilicate réduit, pour le dosage de la silice dans l'hydroxyde de potassium à usage industriel. La méthode est applicable aux produits dont la teneur en silice (SiO_2) 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

Formation du molybdosilicate oxydé (jaune), à pH $1,1 \pm 0,2$, en présence d'acide borique afin d'éliminer l'interférence des fluorures.

Réduction sélective du molybdosilicate avec un mélange d'acide aminonaphtolsulfonique (acide amino-4 hydroxy-3 naphthalènesulfonique-1) 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 bleu 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 distillée, ou de l'eau de pureté équivalente. Conserver tous les réactifs en flacons de polyéthylène.

4.1 Acide sulfurique, solution 9 N environ.

4.2 Acide chlorhydrique, solution 2 N environ.

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

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 bécher en polyéthylène, 35 g de ce produit 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

a) Dissoudre 7 g de sulfite de sodium anhydre dans 50 ml d'eau. Ajouter ensuite 1,5 g d'acide aminonaphtolsulfonique (acide amino-4 hydroxy-3 naphthalènesulfonique-1) et les dissoudre en triturant.

b) Dissoudre 90 g de métabisulfite de sodium anhydre dans 900 ml d'eau.

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

4.7 Chlorure de potassium, solution à 60 g/l.

4.8 Silice, solution étalon correspondant à 0,500 g de SiO_2 par litre.

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

– ou 0,500 g de silice (SiO_2) provenant d'acide silicique pur (H_2SiO_3) calciné à 1 000 °C jusqu'à constance de masse et refroidi en dessiccateur;

– ou 0,500 g de quartz pur, finement broyé et préalablement calciné durant 1 h à 1 000 °C, et refroidi 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 SiO_2 .

4.9 Silice, solution étalon correspondant à 10 mg de SiO_2 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_2 .

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, 10,5 ± 0,1 g de la solution A (voir 4.3 de l'ISO 2466) conservée dans un récipient en matière non siliceuse et contenant 50 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 un essai à blanc parallèlement au dosage, 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 potassium (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 fioles jaugées 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 ₂
ml	mg
0 *	0
2,0	0,02
5,0	0,05
10,0	0,10

* Solution de compensation.

Ajouter 10,0 ml de la solution de chlorure de potassium (4.7), diluer à 25 ml puis ajouter, en agitant, 8,0 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 encore, 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), 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 (SiO₂) contenues dans 100 ml de solution témoin et sur l'axe des ordonnées les valeurs correspondantes des absorbances.

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) et neutraliser à l'aide de la solution d'acide chlorhydrique (4.2). Transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 100 ml, en rinçant avec 10 ml d'eau puis ajouter, en agitant, 8,0 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), 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 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 SiO₂ correspondant à la valeur de la mesure photométrique.

La teneur en silice (SiO_2) est donnée, en milligrammes par kilogramme, par la formule

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

où

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

m_1 est la masse, en milligrammes, de SiO_2 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 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 éventuellement 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.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 995:1975

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/68cbac8c-d1b0-4a1a-a39b-803a0c4dab40/iso-995-1975>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 995:1975

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/68cbac8c-d1b0-4a1a-a39b-803a0c4dab40/iso-995-1975>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 995:1975

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/68cbac8c-d1b0-4a1a-a39b-803a0c4dab40/iso-995-1975>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 995:1975

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/68cbac8c-d1b0-4a1a-a39b-803a0c4dab40/iso-995-1975>