

47

NORME INTERNATIONALE



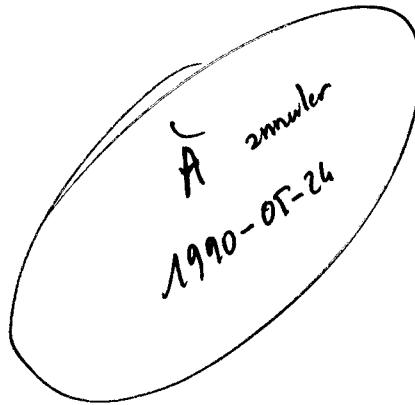
996

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

## Hydroxyde de potassium à usage industriel — Dosage de la silice — Méthode gravimétrique par précipitation du molybdosilicate de quinoléine

*Potassium hydroxide for industrial use — Determination of silica content — Gravimetric method by precipitation of quinoline molybdosilicate*

Première édition — 1976-03-01



CDU 661.312.1 : 546.284 : 543.21

Réf. no : ISO 996-1976 (F)

**Descripteurs** : hydroxyde de potassium, analyse chimique, dosage, silice, 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 996 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 996-1969 à laquelle elle est techniquement identique.

La Recommandation ISO/R 996 avait été approuvée par les Comités Membres des pays suivants :

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

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

France\*  
Italie

\* Ultérieurement, ce Comité Membre a approuvé la Recommandation.

Le Comité Membre du pays suivant a désapprouvé la transformation de la Recommandation ISO/R 996 en Norme Internationale :

Royaume-Uni

© Organisation Internationale de Normalisation, 1976 •

Imprimé en Suisse

# Hydroxyde de potassium à usage industriel – Dosage de la silice – Méthode gravimétrique par précipitation du molybdosilicate de quinoléine

## 1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie une méthode gravimétrique de dosage de la silice dans l'hydroxyde de potassium à usage industriel, par précipitation du molybdosilicate de quinoléine.

La méthode est applicable aux produits dont la teneur en silice ( $\text{SiO}_2$ ), rapportée à KOH, est égale ou supérieure à 0,001 % (*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.*

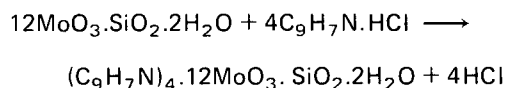
## 3 PRINCIPE

Dissolution et acidification d'une prise d'essai en milieu chlorhydrique, formation du molybdosilicate et précipitation par la quinoléine d'un composé de masse moléculaire élevée.

Filtration, lavage, séchage à  $150 \pm 2$  °C et pesée de ce composé.

## 4 RÉACTION

La réaction de base, précipitation par la quinoléine introduite à l'état de chlorhydrate, est la suivante :



## 5 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.

**5.1 Acide chlorhydrique**,  $\rho$  1,19 g/ml environ, solution à 38 % (*m/m*) ou 12 N environ.

**5.2 Molybdate d'ammonium**, solution à 100 g/l.

Dissoudre 10 g de molybdate d'ammonium tétrahydraté  $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$  dans de l'eau et compléter le volume à 100 ml.

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

**5.4 Quinoléine**, solution chlorhydrique à 20 g/l.

Dissoudre 20 g de quinoléine,  $\rho$  1,093 à 1,096 g/ml environ, dans 25 ml de la solution d'acide chlorhydrique (5.1). Agiter et compléter le volume à 1 000 ml.

**5.5 Solution de lavage**

Diluer 25 ml de la solution chlorhydrique de quinoléine (5.4) à 1 000 ml.

**5.6 Méthylorange**, solution à 0,5 g/l.

## 6 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et

**6.1 Creuset filtrant**, à plaque frittée de porosité P 16 (diamètre des pores compris entre 10 et 16  $\mu\text{m}$ ).

**6.2 Étuve électrique**, réglable à  $150 \pm 2$  °C.

## 7 MODE OPÉRATOIRE

### 7.1 Prise d'essai

Peser, à 0,1 g près, dans un vase à peser à bouchon rodé, de 100 ml environ, une masse de l'échantillon pour essai, solide ou liquide, correspondant à  $20 \pm 0,1$  g de KOH (voir ISO 2466).

NOTE – Si la prise d'essai contient plus de 0,010 g de  $\text{SiO}_2$ , il convient de recommencer le dosage en diminuant la prise d'essai.

### 7.2 Essai à blanc

Effectuer, parallèlement au dosage et en suivant le même mode opératoire, un essai à blanc en employant les mêmes quantités de tous les réactifs que celles utilisées pour le dosage.

NOTE – La masse du précipité pesé ne doit pas dépasser 0,005 g.

### 7.3 Dosage

Introduire la prise d'essai (7.1) dans un bécher de capacité convenable (par exemple 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 2 gouttes de la solution de méthylorange (5.6), neutraliser à l'aide de la solution d'acide chlorhydrique (5.1) introduite lentement, et ajouter un excès de 3 ml environ de cet acide.

Laisser refroidir jusqu'à la température ambiante, transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 250 ml, compléter au volume et homogénéiser.

Retransvaser quantitativement la solution dans le bécher de 600 ml en n'utilisant qu'un volume minimal d'eau de rinçage. Ajouter 25 ml de la solution de molybdate d'ammonium (5.2) et attendre 10 min afin de permettre au molybdosilicate de se former.

Ajouter ensuite 25 ml de la solution d'acide chlorhydrique (5.1) et 20 ml de la solution d'acide oxalique (5.3). Agiter durant 30 s pour favoriser la destruction du phosphomolybdate éventuellement formé; puis, sans interrompre l'agitation, ajouter 25 ml de la solution de quinoléine (5.4).

Chauffer à 80 °C environ en agitant de temps en temps, afin d'obtenir un précipité aisément filtrable, et laisser refroidir ensuite jusqu'à la température ambiante.

Tarer le creuset filtrant (6.1) à 0,000 1 g près, après l'avoir séché à l'étuve (6.2) réglée à 150 ± 2 °C et laissé refroidir en dessiccateur jusqu'à la température ambiante. Filtrer la solution décantée sur le creuset filtrant, en le maintenant sous dépression à l'aide d'une trompe à eau ou d'une pompe à vide.

Laver le précipité avec la solution de lavage (5.5), une fois par décantation, dans le bécher, puis l'entraîner dans le creuset filtrant et le laver six fois.

Essorer en maintenant sous dépression durant 1 min, sécher le creuset filtrant et son contenu à l'étuve (6.2) réglée à 150 ± 2 °C durant 1 h. Retirer de l'étuve, laisser refroidir en dessiccateur jusqu'à la température ambiante et peser rapidement à 0,000 1 g près.

## 8 EXPRESSION DES RÉSULTATS

La teneur en silice, exprimée en pourcentage en masse de SiO<sub>2</sub>, est donnée par la formule

$$(m_1 - m_2) \times \frac{1}{38,94} \times \frac{100}{m_0} = 2,568 \frac{m_1 - m_2}{m_0}$$

où

$m_0$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai (7.1);

$m_1$  est la masse, en grammes, du molybdosilicate de quinoléine correspondant à la prise d'essai;

$m_2$  est la masse, en grammes, du molybdosilicate de quinoléine correspondant à l'essai à blanc;

$\frac{1}{38,94}$  est le facteur de conversion du [(C<sub>9</sub>H<sub>7</sub>N)<sub>4</sub>.12MoO<sub>3</sub>.SiO<sub>2</sub>.2H<sub>2</sub>O] en SiO<sub>2</sub>.

## 9 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 996:1976

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/61ccdccc-310e-4f8e-a10d-fc7b713c2e6c/iso-996-1976>