



## 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 997 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 997-1969 à laquelle elle est techniquement identique.

<https://standards.iso.org/standards/info/47a9-8259-4b11-9c77-151b793590c2/iso-997-1976>

La Recommandation ISO/R 997 avait été approuvée par les Comités Membres des pays suivants :

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

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

France\*  
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 997 en Norme Internationale :

Royaume-Uni

# Hydroxyde de potassium à usage industriel – Dosage du calcium – Méthode complexométrique à l'EDTA (sel disodique)

## 1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie une méthode complexométrique de dosage du calcium dans l'hydroxyde de potassium à usage industriel.

La méthode est applicable aux produits dont la teneur en calcium, exprimée en CaO et rapportée à KOH, est égale ou supérieure à 0,002 % (*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

Titration du calcium avec une solution titrée de sel disodique de l'acide (éthylène dinitrilo)tétracétique (EDTA, sel disodique), en présence d' (éthylène dinitrilo)-2,2' diphénol [glyoxal-bis(hydroxy-2 anil)] comme indicateur, après élimination des impuretés susceptibles de gêner le dosage.

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

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

Diluer 165 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.1) avec de l'eau et compléter le volume à 1 000 ml.

**4.3 Acide sulfurique**, solution 2 N environ.

Ajouter, avec précaution, 55 ml de solution d'acide sulfurique,  $\rho$  184 g/ml environ, à un peu d'eau et, après refroidissement, compléter le volume à 1 000 ml.

**4.4 Hydroxyde de sodium**, solution 2 N environ.

Dissoudre 80 g d'hydroxyde de sodium dans de l'eau et compléter le volume à 1 000 ml.

**4.5 Hydroxyde d'ammonium**, solution 2 N environ.

Diluer 250 ml de solution d'hydroxyde d'ammonium,  $\rho$  0,94 g/ml environ, solution à 14,5 % (*m/m*) ou 8 N environ, avec de l'eau et compléter le volume à 1 000 ml.

**4.6 Chlorure de fer(III)**, solution chlorhydrique correspondant à 2 g/l environ de Fe.

Peser, à 0,1 g près, 10 g de cristaux de chlorure de fer(III) hexahydraté ( $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ). Les introduire dans une fiole jaugée de 1 000 ml et les dissoudre dans 600 ml environ d'eau. Ajouter 10 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.1), compléter au volume et homogénéiser.

**4.7 Sulfure de sodium**, solution saturée à la température ambiante.

Préparer la solution à partir de cristaux de sulfure de sodium nonahydraté ( $\text{Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ ) préalablement lavés à l'eau.

**4.8 Éthanol**, à 95 % (V/V).

Il est également possible d'utiliser de l'alcool dénaturé à l'acétone, mais non coloré.

**4.9 Chlorure de calcium**, solution étalon de référence 0,02 M.

Peser, à 0,001 g près, 2,002 g de carbonate de calcium précipité ( $\text{CaCO}_3$ ) préalablement séché à  $105 \pm 2^\circ\text{C}$  et refroidi en dessiccateur, et les introduire dans un bécher de 600 ml. Mélanger 75 ml d'eau avec 25 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.2) et verser cette solution dans le bécher. Porter à l'ébullition et la maintenir durant 5 min environ pour chasser le dioxyde de carbone. Refroidir à  $20^\circ\text{C}$  environ, transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser.

**4.10 Acide (éthylène dinitrilo)tétracétique (EDTA), sel disodique dihydraté**, solution titrée 0,002 M.

Dissoudre 7,7 g environ de sel disodique dihydraté de l'acide (éthylène dinitrilo)tétracétique (EDTA, sel disodique) dans de l'eau. Transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser.

Ajuster le titre de cette solution concentrée à 0,02 M exactement par rapport à la solution étalon de référence de chlorure de calcium (4.9) en opérant de la façon suivante :

Prélever 25,0 ml de la solution étalon de référence de chlorure de calcium (4.9) et les introduire dans une fiole conique de 250 ml. Ajouter successivement 25 ml environ d'eau puis, à l'aide de pipettes graduées, 4 ml de la solution d'hydroxyde de sodium (4.4), 15 ml de l'éthanol (4.8) et 1,0 ml de la solution d' (éthylène dinitrilo)-2,2' diphénol (4.12). Attendre 1 min environ, puis titrer avec la solution dont la concentration doit être vérifiée jusqu'à virage du rouge au jaune pur. Pour faciliter l'appréciation correcte du virage, on peut éventuellement s'aider d'une solution témoin de virage préparée en introduisant successivement dans une seconde fiole conique de 250 ml : 75 ml environ d'eau, 4 ml de la solution d'hydroxyde de sodium (4.4), 15 ml de l'éthanol (4.8) et 1,0 ml de la solution d' (éthylène dinitrilo)-2,2' diphénol (4.12). Le titre correct est 25,0 ml. Il convient donc de corriger la solution de sel disodique d'EDTA et de vérifier son titre. Répéter ces opérations si nécessaire.

Prélever alors 100,0 ml de la solution concentrée de sel disodique d'EDTA ainsi ajustée, les introduire dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser.

La solution ainsi obtenue est 0,002 M.

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

**4.12 (Éthylène dinitrilo)-2,2' diphénol [glyoxal-bis (hydroxy-2 anil)]**, solution éthanolique à 2,5 g/l environ.

**4.12.1** Introduire 0,25 g environ d' (éthylène dinitrilo)-2,2' diphénol dans un flacon en verre brun, de 100 ml, muni d'un bouchon rodé. Ajouter 100 ml de l'éthanol (4.8) et agiter jusqu'à dissolution.

**4.12.2** En cas de difficulté à se procurer cet indicateur, on peut le préparer de la façon suivante :

Introduire 8,8 g d'o-aminophénol dans une fiole conique de 3 000 ml contenant 2 000 ml d'eau portée à 80 °C. Après dissolution, ajouter 8 g d'une solution aqueuse de glyoxal à 300 g/l.

Maintenir le mélange à 80 °C durant 30 min, puis refroidir sous courant d'eau froide jusqu'à la température ambiante. Filtrer le précipité obtenu sur un entonnoir de Buchner muni d'un papier filtre pour filtration rapide, et le laver trois fois à l'eau en essorant soigneusement après chaque lavage. Détacher alors le précipité du filtre et l'introduire dans un bécher de 250 ml. Ajouter 100 ml d'acétone. Après dissolution, ajouter encore 3 g environ de charbon actif, agiter durant 1 min, puis filtrer sur un filtre plissé, sec, en recueillant le filtrat dans une fiole conique de 750 ml.

Ajouter, à ce filtrat, 300 ml d'eau et filtrer le précipité obtenu sur un entonnoir de Buchner muni d'un papier filtre pour filtration rapide. Essorer complètement, sécher le produit durant 2 h dans une étuve réglée à 70 °C, sans

dépasser cette température, le broyer et le conserver dans un flacon en verre brun, muni d'une fermeture étanche.

## 5 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire.

## 6 MODE OPÉRATOIRE

### 6.1 Prise d'essai

Peser, à 0,1 g près, dans un bécher de 250 ml, une masse de l'échantillon pour essai, solide ou liquide, correspondant à  $16 \pm 0,1$  g de KOH (voir ISO 2466).

### 6.2 Dosage

#### 6.2.1 Préparation de la solution d'essai

S'il s'agit d'un produit solide, dissoudre la prise d'essai (6.1) dans 50 ml environ d'eau; s'il s'agit d'un produit liquide, diluer à 50 ml environ.

Refroidir la solution jusqu'à la température ambiante.

Ajouter, lentement et en agitant, 25 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.1), 3 gouttes de la solution de méthylorange (4.11) et continuer l'ajout de la solution d'acide chlorhydrique, goutte à goutte, jusqu'à virage du jaune au rouge. Ajouter alors, goutte à goutte, la solution d'hydroxyde de sodium (4.4) jusqu'à virage inverse, puis 3 ml de la solution d'acide sulfurique (4.3) et faire bouillir durant 2 min.

Arrêter le chauffage. Introduire, dans la solution chaude, 1 goutte de la solution de méthylorange. Neutraliser exactement à l'aide de la solution d'hydroxyde d'ammonium (4.5), puis ajouter, successivement et en mélangeant après chaque ajout, 1 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.2), 0,5 ml de la solution de chlorure de fer(III) (4.6), 4 gouttes de la solution de sulfure de sodium (4.7) et 2 ml de la solution d'hydroxyde d'ammonium (4.5). Faire bouillir de nouveau durant 30 s pour agglomérer le précipité, refroidir sous courant d'eau froide jusqu'à la température ambiante et transvaser quantitativement la solution trouble dans une fiole jaugée de 100 ml. Compléter au volume, homogénéiser et filtrer sur un filtre sec, pour filtration rapide, exempt de calcium.

#### 6.2.2 Titrage

Prélever 50,0 ml du filtrat et les introduire dans une fiole conique de 250 ml.

Ajouter successivement, à l'aide de pipettes graduées, 10 ml de la solution d'hydroxyde de sodium (4.4), 15 ml de l'éthanol (4.8) et 1,0 ml de la solution d' (éthylène dinitrilo)-2,2' diphénol (4.12). Le pH de la solution est alors supérieur à 12. Attendre 2 min environ, puis titrer avec la solution titrée de sel disodique d'EDTA (4.10) jusqu'à virage du rouge au jaune pur.

Le titrage doit être exécuté en moins de 3 min.

## 7 EXPRESSION DES RÉSULTATS

La teneur en calcium, exprimée en pourcentage en masse d'oxyde de calcium (CaO), est donnée par la formule

$$V \times \frac{100}{50} \times \frac{100}{m} \times 0,000\ 112\ 16 = 0,022\ 43 \frac{V}{m}$$

où

$V$  est le volume, en millilitres, de la solution titrée de sel disodique d'EDTA (4.10), utilisé lors du titrage;

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

0,000 112 16 est la masse, en grammes, d'oxyde de calcium (CaO) correspondant à 1 ml de solution de sel disodique d'EDTA 0,002 M exactement.

## 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.

# iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

ANNEXE

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

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/40747a9-8259-4611-9c77-151b793590c2/iso-997-1976>

- 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.

Page blanche

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

ISO 997:1976

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f40747a9-8259-4b11-9c77-151b793590c2/iso-997-1976>

Page blanche

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

ISO 997:1976

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f40747a9-8259-4b11-9c77-151b793590c2/iso-997-1976>

Page blanche

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

ISO 997:1976

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f40747a9-8259-4b11-9c77-151b793590c2/iso-997-1976>