
NORME INTERNATIONALE 1550

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

Hydroxyde de potassium à usage industriel – Dosage du sodium – Méthode par spectrophotométrie de flamme en émission

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Première édition – 1973-12-01

[ISO 1550:1973](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7c66c99b-b9de-4927-b8d9-a5f3ad12a238/iso-1550-1973)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7c66c99b-b9de-4927-b8d9-a5f3ad12a238/iso-1550-1973>

CDU 661.312.1 : 546.33 : 543.42

Réf. N° : ISO 1550-1973 (F)

Descripteurs : hydroxyde de potassium, analyse chimique, dosage, sodium, spectrophotométrie.

AVANT-PROPOS

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 1550 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 47, *Chimie*, et soumise aux Comités Membres en septembre 1971.

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

Afrique du Sud, Rép. d'	Hongrie	<u>ISO 1550:1973</u>
Allemagne	Inde	Roumanie
Autriche	Irlande	Royaume-Uni
Belgique	Israël	Suède
Chili	Italie	Suisse
Egypte, Rép. arabe d'	Nouvelle-Zélande	Tchécoslovaquie
Espagne	Pays-Bas	Thaïlande
France	Pologne	U.R.S.S.

Aucun Comité Membre n'a désapprouvé le document.

Cette Norme Internationale annule et remplace la Recommandation ISO/R/1550 — 1970.

Hydroxyde de potassium à usage industriel – Dosage du sodium – Méthode par spectrophotométrie de flamme en émission

1 OBJET

La présente Norme Internationale spécifie une méthode de dosage du sodium, par spectrophotométrie de flamme en émission, dans l'hydroxyde de potassium à usage industriel.

2 DOMAINE D'APPLICATION

La méthode est applicable aux produits dont la teneur en sodium est supérieure à 0,01 % (*m/m*).

3 PRINCIPE

Mise en solution et acidification à pH 1 d'une prise d'essai. Pulvérisation de la solution obtenue dans le brûleur d'un spectrophotomètre de flamme.

Dosage du sodium par mesurage de l'intensité de la raie émise à 589 nm, comparativement à celle obtenue pour des solutions témoins de chlorure de sodium, dont l'acidité et la teneur en chlorure de potassium sont équivalentes à celle de la solution soumise au dosage.

4 RÉACTIFS

4.1 Eau. Au cours de l'analyse, n'utiliser que de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente dont la teneur en sodium n'est pas supérieure à 0,02 mg/l. Contrôler cette teneur au moyen de l'essai suivant :

Le spectrophotomètre étant réglé de manière à obtenir une lecture de 0 (minimum de l'échelle) pour l'eau (4.1) et 100 environ (maximum de l'échelle) pour une solution témoin de sodium à 10 mg/l, la lecture obtenue pour l'eau, évaporée en récipient exempt de sodium (platine, silice, etc.) jusqu'à réduction au cinquantième de son volume initial, ne doit pas dépasser 10.

4.2 Acide chlorhydrique, solution 2 N environ, obtenue par dilution d'une solution d'acide chlorhydrique ρ 119 g/ml environ, solution à 38 % (*m/m*) ou 12 N environ, dont le résidu sulfaté est inférieur à 10 mg/kg (correspondant à 3,2 mg/kg de Na au maximum).

4.3 Chlorure de potassium, ayant une teneur en sodium inférieure à 0,02 % (*m/m*), séché pendant 4 h à 500 °C, puis refroidi en dessiccateur.

Un tel produit peut se trouver dans le commerce ou peut être préparé au laboratoire de la façon suivante :

Dissoudre, en chauffant légèrement, 10 g de chlorure de potassium pur pour analyse dans 20 ml d'eau. Ajouter immédiatement 230 ml d'isopropanol pur. Agiter pendant quelques instants avec une baguette en verre. Laisser reposer pendant 2 min. Filtrer sur creuset à plaque en verre fritté, en entraînant le précipité avec de l'isopropanol. Laver sur filtre à l'isopropanol. Sécher le précipité à 500 °C pendant 4 h.

4.4 Chlorure de sodium, solution étalon contenant 1,000 g de sodium par litre.

Peser, à 0,001 g près, 2,543 g de chlorure de sodium préalablement séché pendant 4 h à 500 °C, puis refroidi en dessiccateur. Les dissoudre dans l'eau (4.1), diluer à 1 000 ml dans une fiole jaugée et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 1 mg de Na.

4.5 Chlorure de potassium, solution à 20 g/l, préparée à partir du chlorure de potassium (4.3) et de l'eau (4.1).

4.6 Méthylorange, solution à 0,5 g/l.

5 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Spectrophotomètre de flamme, muni de pulvérisateur brûleur, alimenté par un mélange butane-air dans des proportions telles que la combustion soit complète.

Après une mise en régime de 30 à 60 min, les lectures doivent être reproductibles et stables 20 à 40 s après le début de la pulvérisation.

6 MODE OPÉRATOIRE

6.1 Établissement de la courbe d'étalonnage

6.1.1 Préparation des solutions témoins

Dans une série de douze fioles jaugées de 1 000 ml, introduire 100 ml de la solution de chlorure de potassium (4.5) et 50 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.2), puis ajouter les quantités de la solution étalon de chlorure de sodium (4.4) indiquées dans le tableau suivant :

Solution étalon de sodium (4.4)	Masse correspondante de Na
ml	mg
0*	0
3,0	3
6,0	6
9,0	9
12,0	12
15,0	15
18,0	18
21,0	21
24,0	24
27,0	27
30,0	30
32,0	32

* Essai à blanc des réactifs de la courbe d'étalonnage.

Compléter ensuite au volume avec l'eau (4.1) et homogénéiser.

L'acidité de ces solutions témoins est 0,1 N environ.

NOTE — Ces concentrations pourront éventuellement être modifiées selon les caractéristiques de l'appareillage utilisé, de manière que les mesurages puissent être effectués dans le domaine de sensibilité le meilleur de l'équipement utilisé.

6.1.2 Mesurages spectrophotométriques

Mettre préalablement le spectrophotomètre (5.1) sous tension pendant le temps nécessaire à sa stabilisation. Régler la sensibilité de l'appareil et l'ouverture de la fente suivant les caractéristiques de l'appareillage utilisé et en assurant une largeur de la bande passante de 6 nm au maximum, centrée sur le maximum d'émission (valeur théorique 589 nm)..

Pulvériser successivement les solutions témoins (6.1.1) au sein de la flamme et mesurer l'intensité des radiations émises dans chaque cas.

Prendre soin de maintenir constante la quantité des solutions pulvérisées dans la flamme par unité de temps pendant toute la durée des mesurages.

6.1.3 Tracé de la courbe d'étalonnage

Tracer un graphique en portant, par exemple, sur l'axe des abscisses les concentrations en sodium et sur l'axe des ordonnées, en échelle logarithmique, les valeurs correspondantes des intensités lumineuses émises par les solutions témoins, diminuées de la valeur mesurée pour le terme zéro (essai à blanc des réactifs de la courbe d'étalonnage)

NOTE — L'utilisation de cette courbe ne conduit qu'à des résultats approximatifs. Elle convient notamment pour exécuter un essai d'orientation et en déduire la teneur approximative en sodium de la solution d'essai. Pour obtenir des résultats plus précis, il convient de procéder par interpolation en encadrant la mesure sur la solution en examen par deux mesures obtenues sur des solutions témoins de teneurs en sodium suffisamment rapprochées.

6.2 Dosage

6.2.1 Prise d'essai

Prélever à la pipette, 40,0 ml de la solution principale A* contenant dans 1 000 ml une masse de l'échantillon pour essai correspondant à 50 g environ de KOH.

6.2.2 Préparation de la solution d'essai

Introduire la prise d'essai (6.2.1) dans une fiole jaugée de 1 000 ml, ajouter environ 200 ml d'eau (4.1), 5 gouttes de la solution de méthylorange (4.6) et de la solution d'acide chlorhydrique (4.2) jusqu'au virage de l'indicateur. Ajouter un excès de 50 ml de cet acide, compléter au volume et homogénéiser.

6.2.3 Mesures spectrophotométriques

6.2.3.1 MESURAGE D'ORIENTATION

Effectuer un premier mesurage d'orientation de la solution d'essai (6.2.2) selon les modalités de 6.1.2. Évaluer, en consultant la courbe d'étalonnage, la teneur approximative en sodium de la solution d'essai.

6.2.3.2 MESURAGE PAR ENCADREMENT

Effectuer un deuxième mesurage de la solution d'essai (6.2.2) par encadrement entre deux solutions témoins (6.1.1) ne différant que de 3 mg/l de sodium.

NOTE — S'il s'avère que l'échantillon renferme davantage de sodium que prévu, il convient d'étendre la gamme de solutions témoins vers de plus fortes teneurs en sodium.

* Voir ISO 2466 Hydroxyde de potassium à usage industriel — Prélèvement — Échantillon pour essai — Préparation de la solution principale pour l'exécution de certains dosages (actuellement au stade de projet).

7 EXPRESSION DES RÉSULTATS

7.1 La concentration C en sodium, exprimée en milligrammes par litre, de la solution d'essai, est donnée par la formule

$$\text{où } C = C_1 + (C_2 - C_1) \frac{E - E_1}{E_2 - E_1}$$

C_1 est la concentration, en milligrammes par litre, de la solution témoin inférieure utilisée lors du dosage;

C_2 est la concentration, en milligrammes par litre, de la solution témoin supérieure utilisée lors du dosage;

E est la valeur de la mesure correspondant à la solution d'essai;

E_1 est la valeur de la mesure correspondant à C_1 ;

E_2 est la valeur de la mesure correspondant à C_2 .

7.2 La teneur en sodium (Na) de l'échantillon pour essai est donnée, en pourcentage en masse, par la formule

$$\text{où } C \times \frac{1}{1\,000} \times \frac{1\,000}{40} \times \frac{100}{m} = \frac{2,5 C}{m}$$

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai utilisée pour constituer la solution principale A;

C est la concentration en sodium (Na) de la solution d'essai (6.2.2), exprimée en milligrammes par litre (voir 7.1).

Exprimer le résultat avec deux décimales.

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 celle à laquelle il est fait référence ou facultatives.

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1550:1973

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7c66c99b-b9de-4927-b8d9-a5f3ad12a238/iso-1550-1973>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1550:1973

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7c66c99b-b9de-4927-b8d9-a5f3ad12a238/iso-1550-1973>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1550:1973

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7c66c99b-b9de-4927-b8d9-a5f3ad12a238/iso-1550-1973>