# NORME INTERNATIONALE ISO 1691

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

## Silicates de sodium et de potassium à usage industriel — Dosage des carbonates — Méthode gazométrique

*Sodium and potassium silicates for industrial use — Determination of carbonates content — Gas-volumetric method*

**Première édition — 1976-07-15**

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 1691:1976
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cfd4b42f-a2b3-4eaf-bd79-effb3372b2e1/iso-1691-1976

**CDU 661.83.65 : 546.264-31 : 543.279** **Réf. nº : ISO 1691-1976 (F)**

**Descripteurs** : silicate de sodium, silicate de potassium, analyse chimique, dosage, dioxyde de carbone, méthode volumétrique, méthode gazométrique.

Prix basé sur 5 pages

ISO 1691-1976 (F)

## 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.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

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 1691 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 1691-1970.

ISO 1691:1976
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cfd4b42f-a2b3-4eaf-bd79-effb3372b2e1/iso-1691-1976

La Recommandation ISO/R 1691 avait été approuvée par les Comités Membres des pays suivants :

| | | |
|---|---|---|
| Afrique du Sud, Rép. d' | Grèce | Pologne |
| Allemagne | Hongrie | Portugal |
| Australie | Inde | Roumanie |
| Autriche | Iran | Royaume-Uni |
| Belgique | Israël | Suisse |
| Brésil | Italie | Tchécoslovaquie |
| Colombie | Japon | Thaïlande |
| Égypte, Rep. arabe d' | Nouvelle-Zélande | Turquie |
| Espagne | Pays-Bas | U.R.S.S. |
| France | Pérou | Yougoslavie |

Aucun Comité Membre n'avait désapprouvé la Recommandation.

Aucun comité Membre n'a désapprouvé la transformation de la Recommandation ISO/R 1691 en Norme Internationale.

© Organisation Internationale de Normalisation, 1976 •

Imprimé en Suisse

# Silicates de sodium et de potassium à usage industriel — Dosage des carbonates — Méthode gazométrique

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 1691:1976
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cfd4b421-a2b3-4eaf-bd79-effb3372b2e1/iso-1691-1976

## 1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie une méthode gazométrique de dosage des carbonates exprimés, respectivement, en carbonate de sodium ou de potassium, dans les silicates de sodium ou de potassium à usage industriel.

Trois cas, définis par un essai préliminaire, sont prévus :

**1.1** Silicates de sodium ou de potassium ne contenant pas de sulfure ni de chlorate.

**1.2** Silicates de sodium ou de potassium contenant des sulfures.

**1.3** Silicates de sodium ou de potassium contenant des chlorates.

## 2 RÉFÉRENCE

ISO 1686, *Silicates de sodium et de potassium à usage industriel — Échantillons et technique des essais — Généralités.*

## 3 ESSAI PRÉLIMINAIRE

### 3.1 Principe

Ébullition d'une prise d'essai acidifiée, additionnée de méthylorange et surmontée d'une bande de papier à l'acétate de plomb. La présence de sulfure provoque le noircissement du papier, tandis que la présence de chlorate se traduit par la décoloration du méthylorange.

### 3.2 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, exempte de dioxyde de carbone.

**3.2.1 Acide chlorhydrique**, solution 6 N environ.

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

**3.2.3 Papier à l'acétate de plomb** découpé en bandes de dimensions approximatives 15 mm × 80 mm.

### 3.3 Mode opératoire

Introduire 5 g environ de l'échantillon pour essai (voir ISO 1686) dans une fiole conique de 300 ml. Ajouter 150 ml d'eau et 3 gouttes de la solution de méthylorange (3.2.2). Neutraliser avec la solution d'acide chlorhydrique (3.2.1) et ajouter un excès de 5 ml de cet acide.

Fixer une bande de papier à l'acétate de plomb (3.2.3) à l'intérieur du col de la fiole conique, en rabattant une partie du papier vers l'extérieur.

Faire bouillir la solution durant 5 min et déterminer le mode opératoire à appliquer selon le tableau ci-après.

| Aspect de la solution | Aspect du papier | Cas n° | Mode opératoire à appliquer |
|---|---|---|---|
| rouge | blanc | 1.1 | Chapitre 4 |
| rouge | noirci | 1.2 | Chapitre 5 |
| incolore | blanc | 1.3 | Chapitre 6 |

## 4 SILICATES DE SODIUM OU DE POTASSIUM NE CONTENANT PAS DE SULFURE NI DE CHLORATE

### 4.1 Principe

Mesurage volumétrique du dioxyde de carbone dégagé en attaquant une prise d'essai par une solution d'acide chlorhydrique.

### 4.2 RÉACTIFS

Réactifs spécifiés en 3.2, et

**4.2.1 Eau distillée,** ou eau de pureté équivalente, exempte de dioxyde de carbone à la température ambiante.

Éliminer le dioxyde de carbone éventuellement présent, soit par ébullition durant 10 min, suivie d'un refroidissement à l'abri du dioxyde de carbone atmosphérique, soit, plus simplement, par barbotage durant 15 min d'air exempt de dioxyde de carbone. (Débarrasser l'air du dioxyde de carbone en le faisant passer dans une colonne contenant de l'hydroxyde de sodium en pastilles.)

Conserver l'eau à l'abri du dioxyde de carbone atmosphérique.

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

**4.2.3 Chlorure de sodium,** solution acide, colorée.

Dissoudre 263 g de chlorure de sodium dans de l'eau. Ajouter 5 ml de solution d'acide sulfurique, $\rho$ 1,84 g/ml environ, solution à 96 % (*m/m*) ou 36 N environ. Diluer à 1 000 ml, ajouter un peu de la solution de méthylorange (3.2.2) et homogénéiser.

**4.2.4 Hydroxyde de sodium,** $\rho$ 1,22 g/ml environ, solution à 20 % (*m/m*) ou 6 N environ.

Dissoudre 120 g d'hydroxyde de sodium dans de l'eau. Refroidir jusqu'à la température ambiante, diluer à 500 ml et homogénéiser.

### 4.3 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

**4.3.1 Appareil,** tel qu'il est représenté à la figure.

### 4.4 Mode opératoire

**4.4.1** *Prise d'essai*

Peser, à 0,001 g près, 4,9 à 5,1 g de l'échantillon pour essai (voir ISO 1686).

**4.4.2** *Dosage*

**4.4.2.1** PRÉPARATION DE L'APPAREIL

Remplir la burette (B) de l'appareil (4.3.1), par le flacon de niveau (F), avec la solution de chlorure de sodium (4.2.3).

Verser, dans l'absorbeur (C), de la solution d'hydroxyde de sodium (4.2.4). (Renouveler celle-ci après cent dosages environ.)

La burette (B) et l'absorbeur (C) étant remplis respectivement jusqu'au robinet ($R_1$) et jusqu'au repère (*a*) et les robinets ($R_1$) et ($R_2$) étant fermés, introduire quantitativement la prise d'essai (4.4.1) dans le ballon (A), après l'avoir délayée dans 10 ml de l'eau (4.2.1). Diluer ensuite à 40 ml environ afin de réduire le volume mort à une valeur légèrement supérieure à 100 ml. [Volume libre au-dessus du liquide dans le ballon (A) plus volume du tube du réfrigérant (D) jusqu'au robinet ($R_1$)].

Introduire, dans le ballon (A), trois billes en porcelaine ou en verre, de diamètre 2 mm environ, et quelques fragments de pierre ponce d'un volume total sensiblement égal à celui des billes. Boucher le ballon et fermer le robinet (R).

Mettre le ballon (A) en communication avec la burette (B) par le robinet ($R_1$) et abaisser le flacon de niveau (F).

Vérifier l'étanchéité de l'appareil par des manœuvres appropriées des robinets et du flacon de niveau.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 1691:1976
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cfd4b42f-a2b3-4eaf-bd79-efb3372b2e1/iso-1691-1976

**4.4.2.2** DÉGAGEMENT ET MESURAGE DU DIOXYDE DE CARBONE

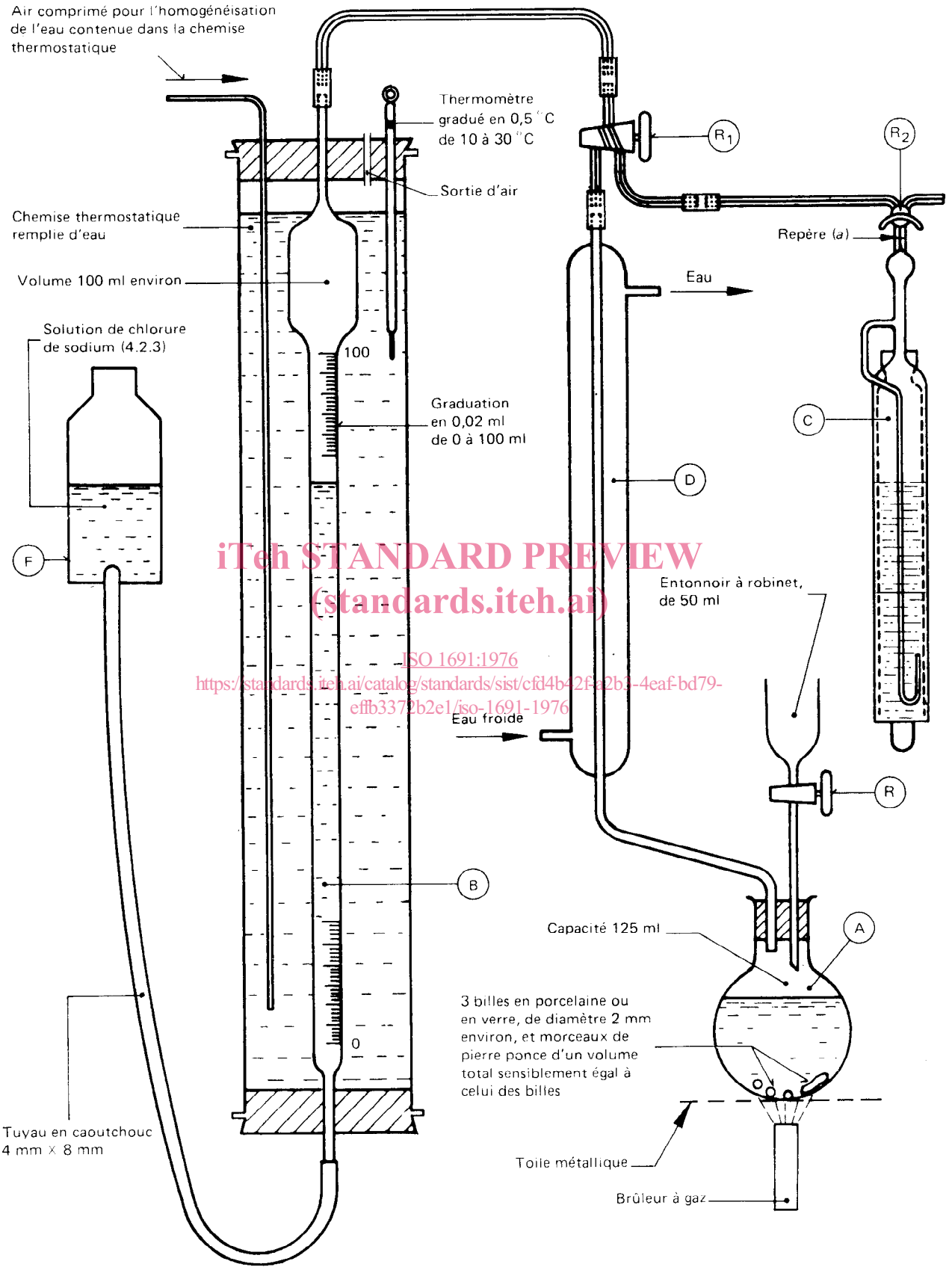
Introduire, dans le ballon (A), par l'entonnoir à robinet et en évitant toute perte de gaz, 20 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.2.2).

Chauffer le ballon et maintenir la solution à l'ébullition durant 5 min, en alimentant le réfrigérant en eau froide. Cesser ensuite de chauffer et ajouter de la solution de chlorure de sodium (4.2.3) par l'entonnoir à robinet, en abaissant davantage le flacon de niveau (F) de manière à faire monter le liquide du ballon (A) dans le tube du réfrigérant jusqu'au robinet ($R_1$). Fermer alors celui-ci et attendre 5 min pour permettre aux gaz de prendre la température de la chemise thermostatique.

Mesurer le volume gazeux, $V_0$, à la pression atmosphérique, $P$, et à la température, $t$, de l'eau contenue dans la chemise. Dans ce but, manœuvrer le flacon de niveau (F) de façon à amener la solution de chlorure de sodium (4.2.3) au même niveau dans ce flacon et dans la burette (B); lire le volume sur cette dernière.

Disposer alors les robinets ($R_1$) et ($R_2$) de manière à faire communiquer la burette (B) et l'absorbeur (C), puis élever le flacon de niveau (F) afin de transvaser les gaz dans l'absorbeur où le dioxyde de carbone sera absorbé. Ramener ensuite les gaz non absorbés dans la burette (B), en abaissant le flacon de niveau (F) et, après avoir ramené le niveau de la solution d'hydroxyde de sodium (4.2.4) au repère (*a*) de l'absorbeur (C) et fermé le robinet ($R_2$), lire le volume gazeux restant. Répéter ces opérations jusqu'à l'obtention d'un volume gazeux constant, $V_1$.

La différence de volume ($V_0 - V_1$) représente le dioxyde de carbone contenu dans la prise d'essai, mesuré à la pression atmosphérique et à la température de la chemise thermostatique.




iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 1691:1976
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cfd4b42f-a2b3-4eaf-bd79-effb3372b2e1/iso-1691-1976

FIGURE — **Appareil pour le dosage gazométrique des carbonates**

### 4.5 Expression des résultats

La teneur en carbonate de sodium ($Na_2CO_3$) ou en carbonate de potassium ($K_2CO_3$), exprimée en pourcentage en masse, est donnée, selon le cas, par les formules

$$Na_2CO_3,\ \%\ (m/m)$$
$$= (V_0 - V_1) \times \frac{273}{273 + t} \times \frac{P - p}{1\,013} \times 0{,}001\,98 \times \frac{106}{44} \times \frac{100}{m}$$
$$= 0{,}128 \times \frac{P - p}{273 + t} \times \frac{V_0 - V_1}{m}$$

$$K_2CO_3,\ \%\ (m/m)$$
$$= (V_0 - V_1) \times \frac{273}{273 + t} \times \frac{P - p}{1\,013} \times 0{,}001\,98 \times \frac{138{,}2}{44} \times \frac{100}{m}$$
$$= 0{,}167 \times \frac{P - p}{273 + t} \times \frac{V_0 - V_1}{m}$$

où

$V_0$ est le volume, en millilitres, du gaz avant absorption du dioxyde de carbone;

$V_1$ est le volume, en millilitres, du gaz après absorption du dioxyde de carbone;

$t$ est la température, en degrés Celsius, de l'eau contenue dans la chemise thermostatique;

$P$ est la pression atmosphérique, en millibars, lors de la détermination;

NOTE — Si la pression atmosphérique, $P$, est mesurée en pascals (ou en kilopascals), multipler cette valeur par 0,01 (ou par 10) pour la convertir en millibars.

$p$ est la pression de vapeur, en millibars, de la solution de chlorure de sodium (4.2.3) à la température de l'eau contenue dans la chemise thermostatique. Les pressions de vapeur sont données ci-après pour des températures de 10 à 30 °C :

| Température, $t$ °C | 10 | 12 | 14 | 16 | 18 | 20 | 22 | 24 | 26 | 28 | 30 |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Pression de vapeur, $p$ mbar | 11 | 12 | 13 | 15 | 17 | 19 | 21 | 24 | 27 | 30 | 33 |

$m$ est la masse, en grammes, de la prise d'essai (4.4.1);

0,001 98 est le facteur de conversion du volume, en millilitres, de dioxyde de carbone, en masse, en grammes, de dioxyde de carbone;

$\frac{106}{44}$ est le facteur de conversion de la masse de dioxyde de carbone en masse correspondante de carbonate de sodium $Na_2CO_3$;

$\frac{138{,}2}{44}$ est le facteur de conversion de la masse de dioxyde de carbone en masse correspondante de carbonate de potassium ($K_2CO_3$).

### 4.6 Fidélité de la méthode

Les résultats obtenus selon cette méthode sont reproductibles à ± 0,04 % ($m/m$) près, en valeur absolue.

## 5 SILICATES DE SODIUM OU DE POTASSIUM CONTENANT DES SULFURES

Dans le cas de silicates de sodium ou de potassium contenant des sulfures, l'acidification du produit provoque un dégagement de sulfure d'hydrogène qui est absorbé dans la solution d'hydroxyde de sodium, en même temps que le dioxyde de carbone, entraînant ainsi une erreur par excès. Un traitement préalable de la prise d'essai est donc nécessaire.

La méthode est applicable aux produits contenant jusqu'à 5 g de sulfures, exprimés en $Na_2S$, par kilogramme.
gramme.

### 5.1 Principe

Oxydation des sulfures par le peroxyde d'hydrogène et ébullition de la prise d'essai, avant son acidification.

Dosage selon la méthode spécifiée dans le chapitre 4.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 1691:1976
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cfd4b42f-a2b3-4eaf-bd79-effb3372b2e1/iso-1691-1976

### 5.2 Réactifs

Réactifs spécifiés en 3.2 et 4.2, et

**5.2.1 Peroxyde d'hydrogène**, solution à 30 % ($m/m$).

### 5.3 Appareillage

Voir 4.3.

### 5.4 Mode opératoire

Opérer selon 4.4, en appliquant les modifications ci-après :

— au point 4.4.2.1, 4e alinéa, introduire, dans le ballon (A), avant les billes en porcelaine ou en verre, 5 gouttes de la solution de peroxyde d'hydrogène (5.2.1);

— à la fin du point 4.4.2.1, ouvrir le robinet ($R_1$), abaisser le flacon de niveau (F) et faire bouillir le contenu du ballon (A) durant 5 min, en alimentant le réfrigérant en eau froide. Refroidir à une température légèrement supérieure à la température ambiante, pour éviter d'aspirer du liquide de la burette dans le réfrigérant.

### 5.5 Expression des résultats

Voir 4.5.

## 6 SILICATES DE SODIUM OU DE POTASSIUM CONTENANT DES CHLORATES

Dans le cas de silicates de sodium ou de potassium contenant des chlorates, l'acidification du produit provoque un dégagement de chlore qui est absorbé dans la solution

d'hydroxyde de sodium, en même temps que le dioxyde de carbone, entraînant ainsi une erreur par excès. Un traitement préalable de la prise d'essai est donc nécessaire.

La méthode est applicable aux produits contenant jusqu'à 10 g de chlorates, exprimés en $NaClO_3$, par kilogramme. kilogramme.

### 6.1 Principe

Réduction préalable des chlorates en chlorures par addition de sulfate de fer(II).

Dosage selon la méthode spécifiée dans le chapitre 4.

### 6.2 Réactifs

Réactifs spécifiés en 3.2 et 4.2, et

**6.2.1 Sulfate de fer(II)**, solution contenant 28 g de sulfate de fer(II) heptahydraté ($FeSO_4.7H_2O$) et 4 gouttes de la solution d'acide chlorhydrique (3.2.1) dans 100 ml.

### 6.3 Appareillage

Voir 4.3.

### 6.4 Mode opératoire

Opérer selon 4.4, en appliquant la modification ci-après :

— au point 4.4.2.1, 3e alinéa, introduire, après la prise d'essai (4.4.1), 5 ml de la solution de sulfate de fer(II) (6.2.1).

### 6.5 Expression des résultats

Voir 4.5.

## 7 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.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 1691:1976
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/efd4b42f-a2b3-4eaf-bd79-effb3372b2e1/iso-1691-1976

## ANNEXE

## PUBLICATIONS ISO RELATIVES AUX SILICATES DE SODIUM ET DE POTASSIUM À USAGE INDUSTRIEL

ISO 1686 — Échantillons et technique des essais — Généralités.

ISO 1687 — Détermination de la masse volumique à 20 °C des produits en solution — Méthodes à l'aréomètre à masse volumique et au pycnomètre.

ISO 1688 — Détermination de la matière sèche — Méthode gravimétrique.

ISO 1689 — Calcul du rapport $\frac{SiO_2}{Na_2O}$ ou $\frac{SiO_2}{K_2O}$.

ISO 1690 — Dosage de la silice — Méthode gravimétrique par insolubilisation.

ISO 1691 — Dosage des carbonates — Méthode gazométrique.

ISO 1692 — Détermination de l'alcalinité totale — Méthode titrimétrique.

ISO 2122 — Mise en solution des produits difficilement solubles dans l'eau bouillante et détermination de l'insoluble dans l'eau.

ISO 2123 — Détermination de la viscosité dynamique.

ISO 2124 — Dosage de la silice — Méthode titrimétrique.

ISO 3200 — Dosage des sulfates — Méthode gravimétrique à l'état de sulfate de baryum.

ISO 3201 — Dosage du fer — Méthode photométrique à la 1,10-phénanthroline.

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1691:1976
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cfd4b42f-a2b3-4eaf-bd79-effb3372b2e1/iso-1691-1976