
NORME INTERNATIONALE



3177

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

Hydroxyde de potassium à usage industriel — Dosage des chlorures — Méthode photométrique

Potassium hydroxide for industrial use — Determination of chlorides content — Photometric method

Première édition — 1975-03-01

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 3177:1975](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7d10efd2-3856-440e-a88c-53e4f0d19cb3/iso-3177-1975)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7d10efd2-3856-440e-a88c-53e4f0d19cb3/iso-3177-1975>



CDU 661.832.23 : 546.132 : 543.43.062

Réf. N° : ISO 3177-1975 (F)

Descripteurs : hydroxyde de potassium, analyse chimique, dosage, chlorure, méthode photométrique.

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 3177 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 47, *Chimie*, et soumise aux Comités Membres en août 1973.

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

Afrique du Sud, Rép. d'
Allemagne
Autriche
Belgique
Bulgarie
Chili
Égypte, Rép. arabe d'
Espagne

France
Hongrie
Inde
Israël
Italie
Nouvelle-Zélande
Pays-Bas
Pologne

ISO 3177:1975

Portugal

Roumanie

Royaume-Uni

Suisse

Tchécoslovaquie

Thaïlande

Turquie

U.R.S.S.

Aucun Comité Membre n'a désapprouvé le document.

Hydroxyde de potassium à usage industriel – Dosage des chlorures – Méthode photométrique

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie une méthode photométrique de dosage des chlorures dans l'hydroxyde de potassium à usage industriel.

La méthode est applicable aux produits dont la teneur en chlorures, exprimés en chlore (Cl), est supérieure à 2 mg/kg et inférieure à 50 mg/kg.

NOTE – Pour les teneurs supérieures à 50 mg/kg, utiliser la méthode spécifiée dans l'ISO 992, *Hydroxyde de potassium à usage industriel – Dosage des chlorures – Méthode mercurimétrique*, ou diminuer le prélèvement de la solution d'essai selon la note en 7.4.3.

2 RÉFÉRENCE

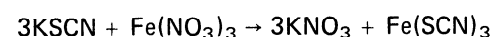
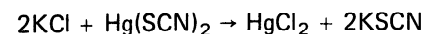
ISO 2466, *Hydroxyde de potassium à usage industriel – Prélèvement – Échantillon pour essai – Préparation de la solution principale pour l'exécution de certains dosages*.

3 PRINCIPE

Déplacement quantitatif des ions thiocyanate (SCN^-) du thiocyanate de mercure(II) par les ions chlorure (Cl^-) contenus dans la prise d'essai. Réaction des ions SCN^- ainsi déplacés avec du nitrate de fer(III) pour former du thiocyanate de fer(III), de coloration rouge.

Mesurage photométrique de la coloration, à une longueur d'onde aux environs de 450 nm.

4 RÉACTIONS



5 RÉACTIFS

La préparation et la conservation des réactifs, ainsi que l'exécution de l'étalonnage et du dosage, doivent se dérouler dans une atmosphère exempte de chlore et d'acide chlorhydrique. Au cours de l'analyse, n'utiliser que des réactifs de qualité analytique reconnue, et que de l'eau bidistillée ou de l'eau de pureté équivalente.

5.1 Acide nitrique, ρ 1,40 g/ml environ, solution à 68 % (m/m) ou 14 N environ, dont la teneur en chlorures, exprimés en chlore (Cl), n'est pas supérieure à 0,5 mg/kg.

5.2 Nitrate de fer(III), solution correspondant à 8 g de Fe par litre.

Dans une fiole conique de 500 ml, introduire 80 ml d'eau puis 4,0 g de fil de fer pur (titre supérieur à 99,5 %). Ajouter avec précaution 80 ml de la solution d'acide nitrique (5.1). Chauffer progressivement, puis faire bouillir sous hotte ventilée jusqu'à l'attaque complète et l'élimination des vapeurs nitreuses. Décolorer la solution en ajoutant quelques gouttes de solution de peroxyde d'hydrogène à 30 % (m/m) et refaire bouillir durant quelques minutes. Après refroidissement, transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 500 ml, compléter au volume et homogénéiser.

5.3 Thiocyanate de mercure(II), solution à 0,5 g/l.

Peser, à 0,001 g près, 0,100 g de thiocyanate de mercure(II) [$\text{Hg}(\text{SCN})_2$] et les dissoudre dans 180 ml d'eau à 50 °C en agitant.

Filter, compléter au volume dans une fiole jaugée de 200 ml et homogénéiser.

Préparer cette solution au moment de l'emploi.

5.4 Chlorure de sodium, solution étalon correspondant à 0,100 g de Cl par litre.

Peser à 0,001 g près, 0,165 g de chlorure de sodium séché au préalable à 500 °C durant 1 h puis refroidi en dessiccateur, les dissoudre dans de l'eau, compléter le volume en fiole jaugée de 1 000 ml et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 0,1 mg de Cl.

5.5 Chlorure de sodium, solution étalon correspondant à 10 mg de Cl par litre.

Prélever 20,0 ml de la solution étalon de chlorure de sodium (5.4), les diluer à 200 ml dans une fiole jaugée et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 0,01 g de Cl.

Préparer cette solution étalon au moment de l'emploi.

5.6 Phénolphtaléine, solution à 10 g/l dans l'éthanol à 95 % (V/V).

6 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, soigneusement rincé avec la solution d'acide nitrique (5.1) et à l'eau bidistillée, et

6.1 Spectrophotomètre, ou

6.2 Photocolorimètre, muni de filtres assurant une transmission maximale aux environs de 450 nm.

7 MODE OPÉRATOIRE

7.1 Prise d'essai

Peser à 0,01 g près, dans un bécher en polyéthylène, une masse de l'échantillon, solide ou liquide, correspondant à 20 g de KOH (voir ISO 2466).

7.2 Essai à blanc

Effectuer, parallèlement au dosage, un essai à blanc, en suivant le même mode opératoire et en utilisant les mêmes quantités de tous les réactifs que celles utilisées pour le dosage, à l'exception du prélèvement de la solution d'essai et de la quantité d'acide nitrique nécessaire à sa neutralisation.

7.3 Établissement de la courbe d'étalonnage

7.3.1 Préparation des solutions témoins pour des mesures photométriques avec des cuvettes de 4 ou 5 cm de parcours optique.

Dans une série de cinq fioles jaugées de 50 ml, introduire les volumes de la solution étalon de chlorure de sodium (5.5) indiqués dans le tableau suivant.

Solution étalon de chlorure de sodium (5.5)	Masse correspondante de chlore (Cl)
ml	mg
0*	0
1,0	0,010
2,5	0,025
5,0	0,050
7,5	0,075

* Solution de compensation.

Ajouter ensuite successivement :

- 5 ml de la solution d'acide nitrique (5.1);
- 5 ml de la solution de nitrate de fer(III) (5.2), et
- 20 ml de la solution de thiocyanate de mercure(II) (5.3).

Compléter au volume, homogénéiser et laisser les colorations se développer durant 30 min.

7.3.2 Mesures photométriques

Effectuer les mesurages au spectrophotomètre (6.1), à une longueur d'onde aux environs de 450 nm, ou au photocolorimètre (6.2), muni de filtres appropriés, après avoir ajusté l'appareil au zéro d'absorbance par rapport à la solution de compensation.

7.3.3 Tracé de la courbe

Tracer un graphique en portant, par exemple, sur l'axe des abscisses, le nombre de milligrammes de chlore (Cl) contenu dans 50 ml de solution témoin et, sur l'axe des ordonnées, les valeurs correspondantes des absorbances.

7.4 Dosage

7.4.1 Préparation de la solution d'essai

Dissoudre ou diluer la prise d'essai (7.1) avec de l'eau, en refroidissant jusqu'à la température ambiante. Transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 100 ml, compléter au volume et homogénéiser.

7.4.2 Développement de la coloration

Dans une fiole jaugée de 50 ml, introduire 10,0 ml de la solution d'essai (7.4.1). Ajouter 3 gouttes de la solution de phénolphtaléine (5.6) et neutraliser à l'aide de la solution d'acide nitrique (5.1) ajoutée lentement, en agitant et en refroidissant bien sous courant d'eau froide.

Ajouter encore 5 ml de la solution d'acide nitrique (5.1), puis 5 ml de la solution de nitrate de fer(III) (5.2) et 20 ml de la solution de thiocyanate de mercure(II) (5.3).

Compléter au volume, homogénéiser et laisser la coloration se développer durant 30 min.

7.4.3 Mesure photométrique

Effectuer le mesurage photométrique en suivant le mode opératoire spécifié en 7.3.2, après avoir ajusté l'appareil au zéro d'absorbance par rapport à la solution de l'essai à blanc (7.2).

NOTE — Si l'absorbance mesurée est supérieure au maximum de la courbe d'étalonnage, recommencer le dosage sur un volume moindre de la solution d'essai et en tenir compte dans la formule de calcul.

8 EXPRESSION DES RÉSULTATS

Au moyen de la courbe d'étalonnage (7.3.3), déterminer la quantité de Cl correspondant à la valeur de la mesure photométrique.

La teneur en chlorures, exprimée en milligrammes de chlore (Cl) par kilogramme, est donnée par la formule

$$m_1 \times \frac{100}{10} \times \frac{1\ 000}{m_0} = \frac{10\ 000\ m_1}{m_0}$$

où

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

m_1 est la masse, en milligrammes, de CI trouvée lors du dosage.

Exprimer le résultat à 1 mg/kg près.

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 les Normes Internationales auxquelles il est fait référence, ou de toutes opérations facultatives.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 3177:1975](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7d10efd2-3856-440e-a88c-53e4f0d19cb3/iso-3177-1975)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7d10efd2-3856-440e-a88c-53e4f0d19cb3/iso-3177-1975>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3177:1975

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7d10efd2-3856-440e-a88c-53e4f0d19cb3/iso-3177-1975>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3177:1975

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7d10efd2-3856-440e-a88c-53e4f0d19cb3/iso-3177-1975>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3177:1975

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7d10efd2-3856-440e-a88c-53e4f0d19cb3/iso-3177-1975>