
NORME INTERNATIONALE 3200

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

Silicates de sodium et de potassium à usage industriel — Dosage des sulfates — Méthode gravimétrique à l'état de sulfate de baryum

Sodium and potassium silicates for industrial use — Determination of sulphates content — Barium sulphate gravimetric method

(standards.iteh.ai)

Première édition — 1975-03-15

[ISO 3200:1975](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/aff0d5ae-cc6c-4a4b-84ad-feffid724b4f4/iso-3200-1975)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/aff0d5ae-cc6c-4a4b-84ad-feffid724b4f4/iso-3200-1975>

CDU 661.683 : 661.684 : 546.226 : 543.21

Réf. N° : ISO 3200-1975 (F)

Descripteurs : silicate de sodium, silicate de potassium, analyse chimique, dosage, sulfate, méthode gravimétrique.

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 3200 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 47, *Chimie*, et soumise aux Comités Membres en octobre 1973.

STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

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

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

Cette Norme Internationale a également été approuvée par l'Union Internationale de Chimie Pure et Appliquée (IUPAC).

Aucun Comité Membre n'a désapprouvé le document.

Silicates de sodium et de potassium à usage industriel – Dosage des sulfates – Méthode gravimétrique à l'état de sulfate de baryum

1 OBJET

La présente Norme Internationale spécifie une méthode gravimétrique de dosage des sulfates à l'état de sulfate de baryum dans les silicates de sodium et de potassium à usage industriel.

2 DOMAINE D'APPLICATION

La méthode est applicable à l'analyse de produits dont la teneur en SO_4 est supérieure à 0,1 ou 0,25 % (*m/m*) selon qu'il s'agit, respectivement, de produits facilement ou difficilement solubles dans l'eau.

3 PRINCIPE

Mise en solution d'une prise d'essai soit directement soit après fusion alcaline, selon qu'il s'agit, respectivement, de produits facilement ou difficilement solubles dans l'eau. Séparation de l'insoluble. Précipitation des anions sulfate à l'état de sulfate de baryum, en milieu acide et à l'ébullition. Filtration, lavage et calcination du précipité. Pesée du sulfate de baryum après traitement à l'acide fluorhydrique pour en éliminer la silice éventuellement présente.

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 Carbonate double de potassium et de sodium, (KNaCO_3), dont la teneur en SO_4 est inférieure ou égale à 0,005 % (*m/m*).

4.2 Acide chlorhydrique, solution 2 N environ.

4.3 Acide sulfurique, ρ 1,84 g/ml environ, solution à 96 % (*m/m*) environ ou 36 N environ.

4.4 Acide fluorhydrique, ρ 1,15 g/ml environ, solution à 40 % (*m/m*) environ.

4.5 Carbonate double de potassium et de sodium, solution à 10 g/l préparée à partir du produit (4.1).

4.6 Chlorure de baryum, solution 1 N environ.

Dissoudre 122 g de chlorure de baryum dihydraté ($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser.

4.7 Nitrate d'argent, solution nitrique à 5 g/l.

Dissoudre 0,5 g de nitrate d'argent dans un peu d'eau ou prélever 32 ml d'une solution de nitrate d'argent 0,1 N environ. Ajouter 10 ml de solution d'acide nitrique ρ 1,40 g/ml environ, compléter le volume à 100 ml et homogénéiser.

4.8 Méthylorange, solution à 0,5 g/l.

5 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Étuve électrique, réglable à 110 ± 2 °C.

5.2 Four électrique, réglable à 800 ± 25 °C.

5.3 Dessiccateur, garni de tamis moléculaires, de gel de silice, ou d'oxyde de phosphore(V).

5.4 Creuset en platine, avec couvercle, de diamètre supérieur 30 mm environ et de hauteur 30 mm environ.

5.5 Capsule en platine, de capacité 80 ml environ.

6 MODE OPÉRATOIRE

6.1 Prise d'essai

Peser, à 0,01 g près, une quantité de l'échantillon pour essai respectivement égale à :

- 10 g de produit liquide;
- 5 g de produit solide facilement soluble dans l'eau;
- 2 g de produit solide difficilement soluble dans l'eau.

6.2 Préparation de la solution d'essai

6.2.1 Produits liquides ou produits solides facilement solubles dans l'eau

Introduire la prise d'essai (6.1) dans un bécher de 1 000 ml, la diluer ou la dissoudre à l'aide de 200 ml d'eau, et laisser au repos durant 1 h. Si la solution obtenue est limpide, la diluer à 400 ml et poursuivre selon les spécifications de 6.3.

Si la solution obtenue est trouble, la filtrer, puis laver le filtre 5 fois à l'aide de la solution de carbonate double de potassium et de sodium (4.5) chauffée à 70 °C environ, en recueillant le filtrat et les lavages dans un autre bécher de 1 000 ml. Diluer à 400 ml et poursuivre selon les spécifications de 6.3.

6.2.2 Produits solides difficilement solubles dans l'eau

Introduire la prise d'essai (6.1) dans la capsule en platine (5.5) et la mélanger à 10 g de carbonate double de potassium et de sodium (4.1). Chauffer jusqu'à fusion du mélange, laisser refroidir et dissoudre à l'aide de 200 ml d'eau chaude en transvasant quantitativement la solution dans un bécher de 400 ml. Après un repos de 1 h, filtrer la solution, laver le filtre cinq fois avec la solution de carbonate double de potassium et de sodium (4.5) chauffée à 70 °C environ, en recueillant le filtrat et les lavages dans un bécher de 1 000 ml. Diluer à 350 ml et poursuivre selon les spécifications de 6.3.

6.3 Dosage

À la solution d'essai (6.2), ajouter 5 gouttes de la solution de méthylorange (4.8), et neutraliser à l'aide de la solution d'acide chlorhydrique (4.2) puis ajouter un excès de 25 ml de cet acide. Faire bouillir durant 2 min, cesser le chauffage et ajouter, très lentement et en agitant, 50 ml de la solution de chlorure de baryum (4.6).

Rincer la paroi intérieure du bécher à l'aide de 20 ml environ d'eau, *sans agitation*, de façon à maintenir une couche d'eau à la surface du liquide et à éviter ainsi la montée de matières solides jusqu'en haut de la paroi pendant le chauffage. Couvrir le bécher d'un verre de montre et laisser reposer durant 1 h sur bain d'eau bouillante puis durant 24 h à la température ambiante. Filtrer le précipité à travers un papier filtre sans cendres, à texture serrée, dont la dimension des pores est suffisamment petite pour retenir la totalité du précipité (diamètre des pores compris entre 0,4 et 1 µm). Laver le précipité et le filtre à l'eau bouillante jusqu'à ce que 10 ml de liquide sortant de l'entonnoir restent limpides 5 min après y avoir ajouté 10 ml de la solution nitrique de nitrate d'argent (4.7). Si l'anion chlorure est détecté, le précipité doit être lavé à nouveau avec de petites quantités d'eau, deux à trois fois,

jusqu'à complète disparition de l'anion chlorure dans les lavages. Introduire soigneusement le filtre et le précipité dans le creuset (5.4), préalablement porté au rouge, refroidi dans le dessiccateur (5.3) et pesé à 0,1 mg près. Placer le creuset et son contenu dans l'étuve électrique (5.1), réglée à 110 ± 2 °C, jusqu'à dessiccation complète.

Brûler le papier filtre à l'air libre, à basse température, puis calciner au rouge durant 15 min à l'aide d'un bec à gaz butane ou à acétylène, ou dans le four électrique (5.2) réglé à 800 ± 25 °C.

Après refroidissement, ajouter quelques gouttes de la solution d'acide sulfurique (4.3) et 5 ml de la solution d'acide fluorhydrique (4.4). Évaporer à sec dans un bain d'air chaud ou sur une plaque chauffante, puis calciner à nouveau durant 15 min, dans les mêmes conditions.

Laisser refroidir dans le dessiccateur (5.3) jusqu'à la température ambiante et peser à 0,1 mg près.

NOTE — La filtration du précipité de sulfate de baryum peut être accélérée en tapissant préalablement le filtre avec de la poudre de cellulose exempte de cendres.

7 EXPRESSION DES RÉSULTATS

La teneur en sulfates, exprimée en pourcentage en masse de sulfate (SO₄), est donnée par la formule

$$m_1 \times 0,411\ 57 \times \frac{100}{m_0} = \frac{41,157\ m_1}{m_0}$$

*m*₀ est la masse, en grammes, de la prise d'essai (6.1);

*m*₁ est la masse, en grammes, du précipité de sulfate de baryum pesée;

0,411 57 est le facteur de conversion du BaSO₄ en SO₄.

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 facultatives.