
NORME INTERNATIONALE 3698

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

Hydroxyde de potassium à usage industriel — Dosages du calcium et du magnésium — Méthode par absorption atomique dans la flamme

Potassium hydroxide for industrial use — Determination of calcium and magnesium contents — Flame atomic absorption method

(standards.iteh.ai)

Première édition — 1976-12-15

[ISO 3698:1976](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d6be7de3-974c-4bfc-9215-3e9dee793b2e/iso-3698-1976>

CDU 661.832.23 : 546.46 : 546.41 : 543.42

Réf. n° : ISO 3698-1976 (F)

Descripteurs : composé chimique, hydroxyde de potassium, analyse chimique, dosage, calcium, magnésium, méthode spectrophotométrique, méthode par photométrie de flamme

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.

La Norme Internationale ISO 3698 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 47, *Chimie*, et a été soumise aux Comités Membres en février 1975.

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

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

ISO 3698:1976

Roumanie

Royaume-Uni

Suisse

Turquie

U.R.S.S.

Yougoslavie

Aucun Comité Membre n'a désapprouvé le document.

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

Hydroxyde de potassium à usage industriel – Dosages du calcium et du magnésium – Méthode par absorption atomique dans la flamme

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie une méthode par absorption atomique dans la flamme, pour les dosages du calcium et du magnésium dans l'hydroxyde de potassium à usage industriel.

La méthode est applicable aux produits dont les teneurs en Ca et en Mg sont supérieures respectivement à :

- 2,5 mg/kg et 0,5 mg/kg, si l'on utilise une flamme acétylène-air;
- 0,6 mg/kg et 1,0 mg/kg, si l'on utilise une flamme acétylène-monoxyde de diazote.

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

Acidification d'une prise d'essai par l'acide chlorhydrique.

Pulvérisation de la solution au sein d'une flamme acétylène-monoxyde de diazote ou acétylène-air, après addition, dans ce dernier cas, d'ions lanthane pour supprimer certaines interférences.

Mesurage de l'absorption des raies 422,7 nm et 285,2 nm émises par des lampes à cathode creuse au calcium et au magnésium.

4 RÉACTIFS

Au cours de l'analyse, n'utiliser que des réactifs de qualité analytique reconnue, et que de l'eau bidistillée dans un appareil en verre borosilicaté à joints rodés, ou de l'eau de pureté équivalente.

4.1 Acide chlorhydrique, ρ 1,19 g/ml environ, solution à 38 % (m/m) ou 12 N environ.

4.2 Chlorure de lanthane, solution correspondant à 5 g de lanthane par litre.

NOTE – Cette solution n'est pas nécessaire lorsqu'on utilise la flamme acétylène-monoxyde de diazote.

Préparer, en variante, l'une des solutions suivantes :

4.2.1 Dissoudre 5,9 g d'oxyde de lanthane (La_2O_3) dans 15 ml d'eau et 15 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.1). Diluer à 1 000 ml dans une fiole jaugée avec de l'eau et homogénéiser.

4.2.2 Dissoudre 13,4 g de chlorure de lanthane heptahydraté ($\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) dans de l'eau, diluer à 1 000 ml dans une fiole jaugée et homogénéiser.

Cette solution (4.2.1 ou 4.2.2) doit satisfaire à l'essai suivant : 20,0 ml de solution, dilués à 100 ml dans une fiole jaugée, ne doivent pas donner des absorbances des raies du calcium et du magnésium supérieures à celles qui sont obtenues avec une solution aqueuse étalon contenant 3 μg de Ca et 1 μg de Mg dans 100 ml, en opérant selon 6.2.2 et 6.2.3.

Calculer, en outre, les quantités de Ca et de Mg correspondant aux absorbances mesurées, afin d'en tenir compte lors du contrôle de la pureté de l'hydroxyde de potassium (4.3).

4.3 Hydroxyde de potassium.

Ce produit, qui est utilisé dans la préparation de la solution de chlorure de potassium (4.4) doit avoir, de préférence, des teneurs en Ca et Mg ne dépassant pas respectivement 2,5 et 0,5 mg/kg. Contrôler ces teneurs comme suit :

Porter, sur les courbes d'étalonnage (6.2.2 et 6.2.3), les absorbances obtenues avec la solution témoin numéro zéro (6.2.1). Les valeurs en Ca et en Mg correspondant à ces absorbances ne doivent pas dépasser respectivement 2,5 μg de Ca et 0,5 μg de Mg, augmentées des quantités de Ca et de Mg trouvées lors du contrôle de la solution de chlorure de lanthane (4.2), si l'on a utilisé cette dernière solution.

4.4 Chlorure de potassium, solution acide à 66 g/l.

Introduire 25,0 g d'hydroxyde de potassium (4.3) dans un bécher en polyéthylène de 600 ml. Dissoudre dans 100 ml d'eau en refroidissant, puis acidifier en ajoutant prudemment, tout en agitant, 80 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.1). Transvaser quantitativement dans une fiole conique de 500 ml, faire bouillir durant 5 min, refroidir, transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 500 ml, compléter au volume et homogénéiser.

NOTE – Si l'on dispose de chlorure de potassium très pur, on peut également préparer la solution (4.4) comme suit :

Introduire 33 g de chlorure de potassium dans une fiole conique de 500 ml. Ajouter 250 ml d'eau et 40 ml de la solution d'acide

chlorhydrique (4.1). Faire bouillir durant 5 min, refroidir, transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 500 ml, compléter au volume et homogénéiser.

4.5 Calcium, solution étalon correspondant à 0,100 g de calcium par litre.¹⁾

Peser, à 0,000 1 g près, 0,249 7 g de carbonate de calcium préalablement séché à 250 °C environ, durant 2 h, et refroidi en dessiccateur. Les introduire dans un bécher de 250 ml, et les dissoudre dans un mélange formé de 10 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.1) et de 15 ml d'eau. Transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 0,100 mg de Ca.

4.6 Calcium, solution étalon correspondant à 10 mg de calcium par litre.

Prélever 20,0 ml de la solution étalon de calcium (4.5), les introduire dans une fiole jaugée de 200 ml, compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 10 µg de Ca.

Préparer cette solution au moment de l'emploi.

4.7 Magnésium, solution étalon correspondant à 0,100 g de magnésium par litre.¹⁾

Peser, à 0,000 1 g près, 0,100 0 g de magnésium métallique de haute pureté (min. 99,95 %). Les introduire dans un bécher de 250 ml, et les dissoudre dans un mélange formé de 10 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.1) et de 15 ml d'eau. Transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 0,100 mg de Mg.

4.8 Magnésium, solution étalon correspondant à 10 mg de magnésium par litre.

Prélever 20,0 ml de la solution étalon de magnésium (4.7), les introduire dans une fiole jaugée de 200 ml, compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 10 µg de Mg.

Préparer cette solution au moment de l'emploi.

5 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Spectrophotomètre d'absorption atomique, muni d'un brûleur alimenté soit par l'acétylène et le monoxyde de diazote, soit par l'acétylène et l'air.

5.2 Lampe à cathode creuse au calcium.

5.3 Lampe à cathode creuse au magnésium.

NOTE — Toute la verrerie et les flacons à réactifs doivent être en verre borosilicaté ou d'une qualité ne cédant pas de calcium ni de magnésium.

6 MODE OPÉRATOIRE

6.1 Prise d'essai

Prélever 20,0 ml de la solution A, préparée d'après l'ISO 2466 et contenant 50 g de l'échantillon pour essai dans 1 000 ml, conservée dans un flacon en polyéthylène.

6.2 Établissement des courbes d'étalonnage

6.2.1 Préparation des solutions témoins

Dans une série de cinq fioles jaugées de 100 ml, introduire 20 ml de la solution acide de chlorure de potassium (4.4) et, si l'on utilise une flamme acétylène-air, 10 ml de la solution de chlorure de lanthane (4.2).

Ajouter ensuite les volumes des solutions étalons de calcium (4.6) et de magnésium (4.8) indiqués dans le tableau suivant.

Solution témoin n°	Solutions étalons		Masses correspondantes	
	de calcium (4.6)	de magnésium (4.8)	Ca	Mg
	ml	ml	µg	µg
0*	0	0	0	0
1	1,0	0,2	10	2
2	5,0	1,0	50	10
3	10,0	2,0	100	20
4	20,0	4,0	200	40

* Essai à blanc des réactifs des courbes d'étalonnage.

Compléter au volume et homogénéiser.

6.2.2 Courbe d'étalonnage relative au calcium

6.2.2.1 RÉGLAGE DE L'APPAREILLAGE

Équiper l'appareil (5.1) de la lampe à cathode creuse au calcium (5.2) et le mettre sous tension durant le temps nécessaire à sa stabilisation. Ajuster le courant d'alimentation de la lampe, ainsi que la sensibilité et la fente, suivant les caractéristiques de l'appareil. Régler la longueur d'onde au maximum d'absorption, aux environs de 422,7 nm.

1) On peut utiliser également les solutions étalons pour spectrophotométrie d'absorption atomique vendues dans le commerce.

Régler la pression de l'acétylène d'une part et de l'air ou du monoxyde de diazote d'autre part, suivant les caractéristiques du pulvérisateur-brûleur.

6.2.2.2 MESURES SPECTROPHOTOMÉTRIQUES

Pulvériser successivement les solutions témoins (6.2.1) au sein de la flamme et mesurer l'absorbance de chacune d'elles. Avoir soin de maintenir constant le débit de solution pulvérisée pendant toute la durée de l'exécution de la courbe d'étalonnage.

NOTE – Faire passer de l'eau après chaque mesurage.

6.2.2.3 TRACÉ DE LA COURBE D'ÉTALONNAGE

Tracer un graphique en portant, par exemple, sur l'axe des abscisses, les quantités de Ca, exprimées en microgrammes, contenues dans 100 ml de solution témoin et, sur l'axe des ordonnées, les valeurs correspondantes des absorbances mesurées, diminuées de la valeur mesurée pour la solution témoin numéro zéro.

6.2.3 Courbe d'étalonnage relative au magnésium

Recommencer les opérations spécifiées en 6.2.2.1, 6.2.2.2 et 6.2.2.3, après avoir équipé l'appareil de la lampe à cathode creuse au magnésium (5.3) et réglé la longueur d'onde aux environs de 285,2 nm.

NOTE – Les courbes d'étalonnage obtenues doivent être rectilignes autant que possible.

6.3 Dosage

6.3.1 Préparation de la solution d'essai

Introduire la prise d'essai (6.1) dans une fiole conique de 100 ml, ajouter 20 ml d'eau et, lentement et en agitant, 4,0 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.1). Faire bouillir doucement durant 5 min, refroidir et transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 100 ml. Si l'on utilise la flamme acétylène-air, ajouter 20,0 ml de la solution de chlorure de lanthane (4.2). Compléter au volume et homogénéiser.

6.3.2 Essai à blanc

Effectuer, parallèlement au dosage et en suivant le même mode opératoire, un essai à blanc en employant les mêmes quantités de tous les réactifs que celles utilisées pour le dosage, mais en omettant la prise d'essai.

6.3.3 Mesures spectrophotométriques

En suivant les prescriptions spécifiées en 6.2.2 et 6.2.3, déterminer, dans l'ordre, l'absorbance

- des cinq solutions témoins (6.2.1);
- de la solution d'essai (6.3.1);
- de la solution de l'essai à blanc (6.3.2);

– de la solution témoin (6.2.1) dont l'absorbance est la plus proche de celle de la solution d'essai.

6.3.4 Essai de contrôle

Vérifier l'absence d'interférences en répétant les opérations spécifiées en 6.3.1 avec ajout d'une quantité connue des solutions étalons de calcium et de magnésium (4.6 et 4.8). Si des interférences sont observées, recommencer l'étalonnage par la méthode des ajouts dosés à partir de solutions d'essai préparées selon 6.3.1. S'assurer, dans ce cas, que l'on opère bien dans la partie rectiligne de la courbe d'étalonnage.

7 EXPRESSION DES RÉSULTATS

7.1 La teneur en calcium, exprimée en milligrammes de Ca par kilogramme, est donnée par la formule

$$m_1 \times \frac{1}{1\,000} \times \frac{A_1 - A_0}{A_2 - A_3} \times \frac{1\,000}{20} \times \frac{1\,000}{m_0} = \frac{50 m_1 (A_1 - A_0)}{m_0 \times (A_2 - A_3)}$$

où

A_0 est l'absorbance de la solution de l'essai à blanc (6.3.2);

A_1 est l'absorbance de la solution d'essai (6.3.1);

A_2 est la moyenne des absorbances de la solution témoin la plus proche de la solution d'essai, mesurées avant et après celle-ci;

A_3 est l'absorbance de la solution témoin numéro zéro (6.2.1);

m_0 est la masse, en grammes, de l'échantillon pour essai, utilisée pour préparer la solution principale A;

m_1 est la masse, en microgrammes, de Ca contenue dans la solution témoin dont l'absorbance est la plus proche de celle de la solution d'essai.

7.2 La teneur en magnésium (Mg) se calcule selon 7.1, en utilisant les absorbances relatives au magnésium.

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 la Norme Internationale à laquelle il est fait référence, ou de toutes opérations facultatives.

ANNEXE

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

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.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d6be7de3-974c-4bfc-9215-3e9dee793b2e/iso-3698-1976>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3698:1976

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d6be7de3-974c-4bfc-9215-3e9dec793b2e/iso-3698-1976>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3698:1976

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d6be7de3-974c-4bfc-9215-3e9dec793b2e/iso-3698-1976>