

<p>NORME FRANÇAISE ENREGISTRÉE</p>	<p>SULFATE DE POTASSIUM À USAGE INDUSTRIEL OU AGRICOLE <b>DOSAGE DU POTASSIUM MÉTHODE TITRIMÉTRIQUE AU TÉTRAPHÉNYLBORATE DE SODIUM</b></p>	<p><b>NF</b> <b>T 20-367</b> Juin 1978</p>
<p style="text-align: center;"><b>AVANT-PROPOS</b></p> <p><i>À sa date d'enregistrement, la présente norme reproduit la norme internationale ISO 2486 — Première édition — Avril 1973.</i></p> <p><i>Des raisons d'ordre administratif ont conduit à limiter le domaine d'application de la norme internationale au sulfate de potassium à usage industriel, mais techniquement la méthode est également applicable au produit à usage agricole.</i></p> <p><i>Les documents mentionnés dans les chapitres 1 « Objet et domaine d'application » (1), 5.1 « Préparation de l'échantillon pour essai » (1) et 5.2 « Détermination de l'humidité de l'échantillon » font respectivement l'objet des normes françaises suivantes :</i></p> <p style="text-align: center;"><b>NF T 20-362, NF T 20-366, NF X 11-501, NF T 20-361.</b></p>		
<p>Enregistrée par décision du 1978-05-16 pour prendre effet le 1978-06-15</p>	<p>La présente norme remplace le fascicule de documentation <b>NF T 20-359</b>, de mars 1967.</p>	<p>© <b>AFNOR 1978</b> Droits de reproduction et de traduction réservés pour tous pays</p>

# Sulfate de potassium à usage industriel — Dosage du potassium — Méthode titrimétrique au tétraphénylborate de sodium

## 1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie une méthode titrimétrique de dosage du potassium dans le sulfate de potassium à usage industriel.<sup>1)</sup>

## 2 PRINCIPE

Mise en solution d'une prise d'essai prélevée à partir de l'échantillon pour laboratoire, préalablement broyé et tamisé.

Addition d'oxalate d'ammonium, pour précipiter les ions calcium, et de formaldéhyde, pour transformer les ions ammonium présents en hexaméthylènetétramine.

Précipitation du potassium, en milieu alcalin, par un excès de solution titrée de tétraphénylborate de sodium (TPBS), filtration, puis titrage de cet excès à l'aide d'une solution titrée de sel d'ammonium quaternaire (bromure de cetyltriméthylammonium, CTAB) en présence de jaune de thiazol comme indicateur.

## 3 RÉACTIFS

Au cours de l'analyse, n'utiliser que de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

**3.1 Oxyde d'aluminium hydraté**, très pur.

**3.2 Hydroxyde de sodium**, solution à 200 g/l environ.

**3.3 Formaldéhyde**, solution à 35 % (m/m).

Il est essentiel de filtrer ce réactif avant l'emploi.

**3.4 Oxalate d'ammonium**, solution saturée à 20 °C (environ 60 g/l).

**3.5 Sel d'ammonium quaternaire (CTAB)**, solution environ 0,02 N.

Dissoudre 7,3 g de bromure de cetyltriméthylammonium (CTAB),  $[\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{15}\text{N}(\text{CH}_3)_3]\text{Br}$ , dans 300 à 500 ml d'eau. Agiter doucement et compléter à 1 000 ml en fiole

jaugée avec de l'eau. Déterminer la correspondance entre les solutions de TPBS et de CTAB par titrage en présence de jaune de thiazol (3.8) comme indicateur.

Cette solution est stable pendant plus d'un mois.

**3.6 Tétraphénylborate de sodium (TPBS)**, solution environ 0,02 N.

Dissoudre 6,90 g de TPBS  $[\text{NaB}(\text{C}_6\text{H}_5)_4]$  dans 500 ml d'eau contenus dans un bécher de 600 ml. Ajouter 6 g d'oxyde d'aluminium hydraté (3.1) et agiter pendant 5 à 10 min avec un agitateur magnétique.

Après décantation, filtrer sur un papier filtre à texture serrée dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Si le filtrat est trouble, le repasser sur le filtre. Laver le filtre deux fois avec environ 30 ml d'eau, ajouter 1 ml de la solution d'hydroxyde de sodium (3.2), compléter au volume et homogénéiser. On doit laisser vieillir la solution de TPBS pendant 48 h. Filtrer et déterminer le titre de cette solution, toujours avant de l'employer, au moyen de la solution étalon de référence de chlorure de potassium (3.7).

### 3.6.1 Étalonnage de la solution de TPBS

Introduire 25,00 ml de la solution étalon de référence de chlorure de potassium (3.7) dans une fiole jaugée de 100 ml. Ajouter, dans l'ordre :

- 5 ml de la solution de formaldéhyde (3.3);
- 2 ml de la solution d'hydroxyde de sodium (3.2);
- 1,5 ml de la solution d'oxalate d'ammonium (3.4);
- 40,00 ml de la solution de TPBS (3.6).

Compléter à 100 ml avec de l'eau. Agiter et laisser reposer pendant 5 min. Filtrer sur filtre plissé à texture serrée, sec, en rejetant les premiers millilitres du filtrat et en recueillant le filtrat dans un récipient sec. Introduire 50,0 ml de cette solution dans une fiole conique de 300 ml. Ajouter 5 ml de la solution de jaune de thiazol (3.8) et titrer immédiatement avec la solution de CTAB (3.5) jusqu'à coloration rose franche. Soit  $V_2$  le volume versé.

1) Voir aussi le même dosage dans

- ISO 2484, *Méthode par spectrophotométrie de flamme en émission.*
- ISO 2485, *Méthode gravimétrique à l'état de tétraphénylborate de potassium.*