

---

# Norme internationale



# 5932

---

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

---

## Acide borique, oxyde borique et tétraborates disodiques à usage industriel — Dosage du cobalt — Méthode photométrique au nitroso-2 naphthol-1

*Boric acid, boric oxide and disodium tetraborates for industrial use — Determination of cobalt content — 2-nitroso-1-naphthol photometric method*

Première édition — 1980-11-01 (standards.iteh.ai)

[ISO 5932:1980](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8a7cf7a-6e4e-461c-a542-118333616cc8/iso-5932-1980>

---

CDU 661.651 : 543.42 : 546.73

Réf. n° : ISO 5932-1980 (F)

Descripteurs : acide borique, oxyde borique, borate de sodium, analyse chimique, dosage, cobalt, analyse spectrophotométrique, étalonnage.

## Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est confiée aux comités techniques de l'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 5932 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 47, *Chimie*, et a été soumise aux comités membres en octobre 1978.

ITeH STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

Afrique du Sud, Rép. d'	Égypte, Rép. arabe d'	<a href="http://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8a7cf7a-6e4e-461c-a542-118333333333">ISO 5932:1980</a>
Allemagne, R. F.	France	Roumanie
Australie	Hongrie	Royaume-Uni
Autriche	Inde	Suisse
Belgique	Israël	Tchécoslovaquie
Brésil	Italie	Thaïlande
Bulgarie	Mexique	URSS
Chine	Pays-Bas	Yougoslavie
Corée, Rép. de	Philippines	

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

Cette Norme internationale a également été approuvée par l'Union internationale de chimie pure et appliquée (UICPA).

# Acide borique, oxyde borique et tétraborates disodiques à usage industriel — Dosage du cobalt — Méthode photométrique au nitroso-2 naphthol-1

## 1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode photométrique au nitroso-2 naphthol-1 pour le dosage du cobalt dans l'acide borique, l'oxyde borique et les tétraborates disodiques à usage industriel.

La méthode est applicable aux produits dont la teneur en cobalt est égale ou supérieure à 0,1 mg/kg.

## 2 Principe

Mise en solution d'une prise d'essai, formation du complexe coloré cobalt-nitroso-2 naphthol-1, extraction dans le chloroforme de ce complexe et mesurage photométrique à une longueur d'onde d'environ 530 nm.

## 3 Réactifs

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

### 3.1 Chloroforme, redistillé.

**AVERTISSEMENT — Le chloroforme est toxique. Éviter d'en respirer les vapeurs et éviter le contact avec la peau. Effectuer toutes les opérations qui utilisent ce produit sous une hotte.**

### 3.2 Acide chlorhydrique, solution à 73 g/l environ.

### 3.3 Hydroxyde de sodium, solution à 80 g/l environ.

### 3.4 Peroxyde d'hydrogène, solution à 30 g/l.

### 3.5 Citrate trisodique dihydraté ( $C_6H_5Na_3O_7 \cdot 2H_2O$ ), solution à 200 g/l.

### 3.6 Nitroso-2 naphthol-1, solution à 10 g/l dans l'acide acétique cristallisable.

Dissoudre 1 g de nitroso-2 naphthol-1 dans de l'acide acétique cristallisable, transvaser dans une fiole jaugée de 100 ml, ajouter 1 g de charbon actif, compléter au volume avec de l'acide acétique cristallisable et homogénéiser.

Agiter la solution avant emploi et en filtrer la quantité nécessaire.

Conserver la solution dans un réfrigérateur, mais ne pas s'en servir après 2 ou 3 semaines, à cause de la tendance au développement d'une coloration dans la solution de chloroforme extraite, même en l'absence de cobalt.

### 3.7 Cobalt, solution étalon correspondant à 0,200 g de cobalt (Co) par litre.

Peser, à 0,000 1 g près, 0,200 g de cobalt (Co) pur et les dissoudre dans le minimum de quantité de solution d'acide nitrique à 500 g/l environ.

Chauffer la solution sur une plaque chauffante jusqu'à cessation de dégagement de vapeurs brunes, refroidir et ajouter environ 100 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 0,20 mg de Co.

NOTE — La solution étalon de cobalt peut également être préparée en dissolvant un sel de cobalt dans une solution d'acide chlorhydrique à 3,6 g/l environ. Si nécessaire, déterminer la concentration exacte de cobalt de cette solution en titrant, par exemple, avec une solution d'EDTA.

### 3.8 Cobalt, solution étalon correspondant à 0,002 g de cobalt (Co) par litre.

Transvaser 10,0 ml de la solution étalon de cobalt (3.7) dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 2 µg de Co.

Préparer cette solution au moment de l'emploi.

## 4 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

### 4.1 Spectrophotomètre, équipé de cuves de 4 ou 5 cm d'épaisseur et de 10 à 12 ml de capacité, ou

### 4.2 Photomètre, équipé de cuves similaires.

**4.3 pH-mètre**, muni d'une électrode de mesure en verre et d'une électrode de référence au calomel.

**5 Mode opératoire**

**5.1 Prise d'essai**

Peser, à 0,01 g près, une masse de la prise d'essai n'excédant pas celle indiquée dans le tableau 1 et ne contenant pas plus de 4 µg de cobalt.

**Tableau 1**

Produit	Masse de la prise d'essai g
Acide borique (H <sub>3</sub> BO <sub>3</sub> )	3
Oxyde borique (B <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )	1,5
Tétraborate disodique (Na <sub>2</sub> B <sub>4</sub> O <sub>7</sub> )	2
Tétraborate disodique décahydraté (Na <sub>2</sub> B <sub>4</sub> O <sub>7</sub> ·10H <sub>2</sub> O)	4

**5.2 Essai à blanc**

En même temps que l'analyse, effectuer un essai à blanc en utilisant le même mode opératoire et les mêmes quantités de tous les réactifs que celles utilisées pour le dosage, mais en omettant la prise d'essai.

**5.3 Préparation de la courbe d'étalonnage**

**5.3.1 Préparation des solutions témoins**

Dans une série de cinq béchers de 150 ml, transvaser les quantités de la solution étalon de cobalt (3.8) indiquées au tableau 2. Ajouter 10 ml de la solution d'acide chlorhydrique (3.2), diluer à 30 ml avec de l'eau et ajouter 10 ml de la solution de citrate trisodique (3.5).

**Tableau 2**

Solution étalon de cobalt (3.8)	Masse correspondante de cobalt
ml	µg
0*	0
0,5	1,0
1,0	2,0
1,5	3,0
2,0	4,0

\* Solution de compensation.

**5.3.2 Développement de la coloration**

Ajouter avec précaution une quantité suffisante de la solution d'hydroxyde de sodium (3.3) pour ajuster le pH à 3,5 en contrôlant à l'aide du pH-mètre (4.3). Ajouter ensuite 10 ml de la solution de peroxyde d'hydrogène (3.4) et homogénéiser. Laisser reposer durant 2 min.

Ajouter 2 ml de la solution de nitroso-2 naphтол-1 (3.6), homogénéiser et laisser reposer durant 30 min à température ambiante. Transvaser quantitativement dans une ampoule à décanter de 100 ml et ajouter 10 ml du chloroforme (3.1). Agiter énergiquement l'ampoule durant 2 min, éliminer toute pression interne et laisser les couches décanter en laissant reposer l'ampoule durant 5 min.

Transvaser la couche de chloroforme dans une ampoule à décanter de 50 ml. Ajouter 10 ml de la solution d'acide chlorhydrique (3.2) et agiter durant 1 min. Laisser les couches décanter durant 5 min.

Transvaser la couche de chloroforme dans une autre ampoule à décanter de 50 ml. Ajouter 10 ml de la solution d'hydroxyde de sodium (3.3) et agiter durant 1 min. Laisser les couches décanter en laissant reposer l'ampoule durant 10 min. Transférer la couche de chloroforme dans une fiole jaugée de 10 ml, en la faisant passer à travers un papier filtre sec et compléter au volume avec du chloroforme (3.1) en rinçant le filtre.

**5.3.3 Mesurage photométrique**

A l'aide du spectrophotomètre (4.1) réglé à une longueur d'onde d'environ 530 nm, ou du photomètre (4.2) muni d'un filtre approprié, effectuer les mesurages photométriques de chaque extrait chloroformique après avoir réglé l'appareil au zéro d'absorbance par rapport au chloroforme (3.1).

**5.3.4 Tracé de la courbe d'étalonnage**

Déduire l'absorbance de la solution de compensation (5.3.1) de celle des solutions témoins (5.3.1). Tracer une courbe en portant par exemple, sur l'axe des abscisses, les masses en microgrammes de cobalt contenues dans les solutions témoins et sur l'axe des ordonnées, les valeurs correspondantes des absorbances.

**5.4 Dosage**

**5.4.1 Préparation de la solution d'essai**

**5.4.1.1 Acide borique et oxyde borique**

Transférer quantitativement la prise d'essai (5.1) dans un bécher de 150 ml, ajouter 10 ml de la solution d'acide chlorhydrique (3.2) et 20 ml d'eau. Dissoudre par chauffage tout en évitant l'ébullition. Ajouter 10 ml de la solution de citrate trisodique (3.5) et laisser refroidir la solution à la température ambiante.

#### 5.4.1.2 Tétraborates disodiques

Transférer quantitativement la prise d'essai (5.1) dans un bécher de 150 ml, ajouter 20 ml de la solution d'acide chlorhydrique (3.2) et 10 ml d'eau. Dissoudre par chauffage tout en évitant l'ébullition. Ajouter 10 ml de la solution de citrate trisodique (3.5) et laisser refroidir la solution à la température ambiante.

#### 5.4.2 Développement de la coloration

Faire développer la coloration selon les modalités spécifiées en 5.3.2.

#### 5.4.3 Mesurages photométriques

Effectuer les mesurages photométriques de la solution d'essai (5.4.1) et de celle de l'essai à blanc (5.2) selon les modalités spécifiées en 5.3.3.

### 6 Expression des résultats

Se référant à la courbe d'étalonnage (5.3.4), déterminer les masses de cobalt correspondant à l'absorbance de la solution d'essai et à celle de la solution de l'essai à blanc.

La teneur en cobalt, exprimée en milligrammes de Co par kilo-

gramme, est donnée par la formule

$$\frac{m_1 - m_2}{m_0}$$

où

$m_0$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai (5.1);

$m_1$  est la masse, en microgrammes, de cobalt trouvée dans la solution d'essai (5.4.1);

$m_2$  est la masse, en microgrammes, de cobalt trouvée dans la solution de l'essai à blanc (5.2);

### 7 Procès-verbal d'essai

Le procès-verbal d'essai doit contenir les indications suivantes :

- a) identification de l'échantillon;
- b) référence de la méthode utilisée;
- c) résultats, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;
- d) compte rendu de tous détails particuliers éventuels relevés au cours de l'essai;
- e) compte rendu de toutes opérations non prévues dans la présente Norme internationale, ou de toutes opérations facultatives.

iteh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 5932:1980

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/84161a10-6e4e-461c-a542-118335616cc8/iso-5932-1980>

## Annexe

### Publications ISO relatives (A) à l'acide borique, (B) à l'oxyde borique, et (C) aux tétraborates disodiques à usage industriel

#### Applicabilité

A	ISO 1914 — Détermination du titre en acide borique — Méthode volumétrique.
B	ISO 1915 — Détermination du titre en oxyde borique — Méthode volumétrique.
C	ISO 1916 — Détermination des teneurs en oxyde de sodium et en oxyde borique et de la perte au feu.
A B C	ISO 1918 — Dosage des composés soufrés — Méthode volumétrique.
A B C	ISO 2214 — Dosage du manganèse — Méthode photométrique à l'oxime de formaldéhyde.
A B C	ISO 2215 — Dosage du cuivre — Méthode photométrique au dibenzylthiocarbamate de zinc.
A B C	ISO 3119 — Dosage du chrome — Méthode photométrique à la diphénylcarbazine.
A B C	ISO 3121 — Dosage des chlorures — Méthode mercurimétrique.
A B C	ISO 3122 — Dosage du fer — Méthode photométrique au bipyridyle-2,2'.
A B C	ISO 5932 — Dosage du cobalt — Méthode photométrique au nitroso-2 naphthol-1.
A B C	ISO 5933 — Dosage du nickel total (et du nickel soluble en milieu alcalin, dans les borates de sodium bruts) — Méthode photométrique à la furil $\alpha$ -dioxime.

[ISO 5932:1980](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8a7cfa7a-6e4e-461c-a542-118333616cc8/iso-5932-1980)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8a7cfa7a-6e4e-461c-a542-118333616cc8/iso-5932-1980>

Page blanche

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 5932:1980

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8a7cf87a-6e4e-461c-a542-118333616cc8/iso-5932-1980>

Page blanche

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 5932:1980

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8a7cf87a-6e4e-461c-a542-118333616cc8/iso-5932-1980>