
Norme internationale



5933

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

Acide borique, oxyde borique, tétraborates disodiques et borates de sodium bruts à usage industriel — Dosage du nickel total dans l'acide borique, l'oxyde borique et les tétraborates disodiques, et du nickel soluble en milieu alcalin dans les borates de sodium bruts — Méthode photométrique à la furil α -dioxime

Boric acid, boric oxide, disodium tetraborates and crude sodium borates for industrial use — Determination of total nickel content of boric acid, boric oxide and disodium tetraborates and the alkali-soluble nickel content of crude sodium borates — Furil α -dioxime photometric method

Première édition — 1980-11-01

CDU 661.651 : 543.42 : 546.74

Réf. n° : ISO 5933-1980 (F)

Descripteurs : acide borique, oxyde borique, borate de sodium, analyse chimique, dosage, nickel, 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 5933 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 47, *Chimie*, et a été soumise aux comités membres en octobre 1978.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

Afrique du Sud, Rép. d'	Égypte, Rép. arabe d'	Pologne
Allemagne, R. F.	France	Roumanie
Australie	Hongrie	Royaume-Uni
Autriche	Inde	Suisse
Belgique	Israël	Tchécoslovaquie
Bésil	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, tétraborates disodiques et borates de sodium bruts à usage industriel — Dosage du nickel total dans l'acide borique, l'oxyde borique et les tétraborates disodiques, et du nickel soluble en milieu alcalin dans les borates de sodium bruts — Méthode photométrique à la furil α -dioxime

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode photométrique à la furil α -dioxime pour le dosage du nickel total dans l'acide borique, l'oxyde borique et les tétraborates disodiques à usage industriel, et pour le dosage du nickel soluble en milieu alcalin dans les borates de sodium bruts à usage industriel.

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

2 Référence

ISO 2217, *Borates de sodium bruts à usage industriel — Détermination des matières insolubles en milieu alcalin, et préparation des solutions d'essai.*

3 Principe

Mise en solution d'une prise d'essai. Formation d'un complexe coloré nickel-furil α -dioxime, extraction de ce complexe dans le chloroforme et mesurage photométrique à une longueur d'onde de 435 nm environ.

4 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.

4.1 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.

4.2 Acide chlorhydrique, ρ 1,19 g/ml environ, solution à 38 % (m/m) environ.

4.3 Hydroxyde d'ammonium, ρ 0,91 g/ml environ, solution à 25 % (m/m) environ.

4.4 Acide sulfurique, solution à 4,9 g/l environ.

4.5 Hydroxyde de sodium, solution à 40 g/l environ.

4.6 Peroxyde d'hydrogène, solution à 50 g/l.

4.7 Citrate trisodique dihydraté ($C_6H_5Na_3O_7 \cdot 2H_2O$), solution à 100 g/l.

4.8 Furil (Z, E)-2,2'-dioxime [Furil α -dioxime], solution éthanolique à 10 g/l.

Dissoudre 1 g de furil α -dioxime dans 60 à 70 ml d'éthanol à 70 °C environ. Refroidir à la température ambiante et compléter le volume à 100 ml avec le même éthanol.

4.9 Nickel, solution étalon correspondant à 0,100 g de nickel (Ni) par litre.

Peser, à 0,000 1 g près, 0,100 g de nickel pur et le 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 0,10 mg de Ni.

4.10 Nickel, solution étalon correspondant à 0,002 g de nickel (Ni) par litre.

Transvaser 5,0 ml de la solution étalon de nickel (4.9) dans une fiole jaugée de 250 ml, compléter au volume et homogénéiser.

Préparer cette solution au moment de l'emploi.

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

4.11 Phénolphthaléine, solution à 5 g/l dans de l'éthanol à 95 % (V/V).

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

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

5.2 Photomètre, équipé de cuves similaires.

6 Mode opératoire

6.1 Prise d'essai

6.1.1 Acide borique, oxyde borique et tétraborates disodiques

Peser, à 0,01 g près, 2,0 g de l'échantillon pour essai.

6.1.2 Borates de sodium bruts

Transvaser 100,0 ml de la solution A (voir ISO 2217) dans un bécher de 250 ml.

6.2 Essai à blanc

6.2.1 Acide borique, oxyde borique et tétraborates disodiques

En même temps que le dosage, 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.

6.2.2 Borates de sodium bruts

Transvaser 100,0 ml de la solution B (voir ISO 2217) dans un bécher de 250 ml et, en même temps que le dosage, 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.

6.3 Établissement de la courbe d'étalonnage

6.3.1 Préparation des solutions témoins

Dans une série de cinq ampoules à décanter de 100 ml, conte-

nant chacune 1 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.2), ajouter les quantités de la solution étalon de nickel (4.10) indiquées dans le tableau ci-dessous.

Solution étalon de nickel (4.10)	Masse correspondante de nickel
ml	µg
0*	0
0,5	1,0
1,0	2,0
1,5	3,0
2,0	4,0

* Solution de compensation.

Diluer chaque solution à 50 ml avec de l'eau et ajouter 0,5 ml de la solution de peroxyde d'hydrogène (4.6).

6.3.2 Développement de la coloration

Prendre à tour de rôle chaque ampoule à décanter. Ajouter, à son contenu, 5 ml de la solution de citrate trisodique (4.7) et 0,1 ml de la solution de phénolphthaléine (4.11). Ajouter avec précaution la solution d'hydroxyde de sodium (4.5) en continuant d'homogénéiser jusqu'à coloration rose de l'indicateur, puis ajouter goutte à goutte, la solution d'acide sulfurique (4.4) jusqu'à disparition de la coloration rose.

Ajouter ensuite, en homogénéisant après chaque addition, 1 ml de la solution de furil α-dioxime (4.8), 5 ml de la solution d'hydroxyde d'ammonium (4.3) et 15 ml du chloroforme (4.1). Agiter énergiquement l'ampoule durant 2 min, puis éliminer toute pression interne et laisser les couches se séparer durant 3 min. Transvaser la couche de chloroforme dans une seconde ampoule à décanter de 100 ml contenant 50 ml de la solution d'acide sulfurique (4.4). Agiter l'ampoule énergiquement durant 2 min et laisser les couches se séparer durant 3 min. Remplir l'une des cuves avec la couche de chloroforme en la filtrant à travers un papier filtre lavé à l'acide et sec.

6.3.3 Mesurage photométrique

À l'aide du spectrophotomètre, (5.1) réglé à une longueur d'onde de 435 nm environ, ou du photomètre (5.2) muni d'un filtre approprié, effectuer les mesurages photométriques après avoir réglé l'appareil au zéro d'absorbance par rapport au chloroforme (4.1).

6.3.4 Tracé de la courbe d'étalonnage

Déduire l'absorbance de la solution de compensation de celles des solutions témoins (6.3.1). Tracer une courbe en portant, par exemple, sur l'axe des abscisses, les masses, en microgrammes, de nickel contenues dans les solutions témoins et, sur l'axe des ordonnées, les valeurs correspondantes des absorbances.

6.4 Dosage

6.4.1 Préparation de la solution d'essai

6.4.1.1 Acide borique, oxyde borique et tétraborates disodiques

Transférer quantitativement la prise d'essai (6.1.1) dans un bécher de 150 ml, ajouter 20 ml d'eau et le placer sur un bain d'eau bouillante. Après 5 min, ajouter 20 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.2) et faire évaporer à siccité. Ajouter, au résidu, 1 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.2) et 30 ml d'eau. Agiter pour dissoudre le contenu du bécher et transvaser quantitativement la solution dans une ampoule à décanter de 100 ml. Diluer à 50 ml avec de l'eau et ajouter 0,5 ml de la solution de peroxyde d'hydrogène (4.6).

6.4.1.2 Borates de sodium bruts

Placer le bécher contenant la prise d'essai (6.1.2) sur une plaque chauffante et faire évaporer jusqu'à un volume de 45 à 50 ml. Refroidir, transvaser la solution quantitativement dans une ampoule à décanter de 100 ml et ajouter 0,5 ml de la solution de peroxyde d'hydrogène (4.6).

6.4.2 Développement de la coloration

Faire développer la coloration selon les modalités spécifiées en 6.3.2.

6.4.3 Mesurages photométriques

Effectuer les mesurages photométriques sur la solution d'essai et sur la solution de l'essai à blanc selon les modalités spécifiées en 6.3.3.

7 Expression des résultats

En se référant à la courbe d'étalonnage (6.3.4), déterminer les masses de nickel correspondant à l'absorbance de la solution d'essai et à celle de la solution de l'essai à blanc.

7.1 Acide borique, oxyde borique et tétraborates disodiques

La teneur en nickel total, exprimée en milligrammes de Ni par kilogramme, 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 (6.1.1);

m_1 est la masse, en microgrammes, de nickel trouvée dans la solution d'essai (6.4.1.1);

m_2 est la masse, en microgrammes, de nickel trouvée dans la solution de l'essai à blanc (6.2.1).

7.2 Borates de sodium bruts

La teneur en nickel soluble en milieu alcalin, exprimée en milligrammes de Ni par kilogramme, est donnée par la formule

$$(m_3 - m_4) \times \frac{5}{m_5}$$

où

m_3 est la masse, en microgrammes, de nickel trouvée dans la solution d'essai (6.4.1.2);

m_4 est la masse, en microgrammes, de nickel trouvée dans la solution de l'essai à blanc (6.2.2);

m_5 est la masse, en grammes, de la prise d'essai utilisée pour la préparation de 500 ml de la solution A (voir ISO 2217).

8 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 dans la Norme internationale à laquelle il est fait référence, ou de toutes opérations facultatives.

Annexe

Publications ISO relatives (A) à l'acide borique, (B) à l'oxyde borique, (C) aux tétraborates disodiques, et (D) aux borates de sodium bruts, 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 D	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.
D	ISO 2216 — Dosage de l'oxyde de sodium et de l'oxyde borique — Méthode volumétrique.
D	ISO 2217 — Détermination des matières insolubles en milieu alcalin, et préparation des solutions d'essai.
D	ISO 2218 — Détermination de la perte de masse après chauffage à 900 °C.
D	ISO 2760 — Dosage de l'aluminium total — Méthode titrimétrique.
D	ISO 2761 — Dosage du titane total — Méthode photométrique.
A B C	ISO 3119 — Dosage du chrome — Méthode photométrique à la diphenylcarbazine.
D	ISO 3120 — Dosage de l'eau — Méthode gravimétrique.
A B C	ISO 3121 — Dosage des chlorures — Méthode mercurimétrique.
A B C D	ISO 3122 — Dosage du fer — Méthode photométrique au bipyridyle-2,2'.
D	ISO 3124 — Dosage du fer soluble en milieu alcalin — Méthode photométrique au bipyridyle-2,2'.
D	ISO 3125 — Dosage de l'aluminium soluble en milieu alcalin — Méthode titrimétrique à l'EDTA.
A B C	ISO 5932 — Dosage du cobalt — Méthode photométrique au nitroso-2 naphthol-1.
A B C D	ISO 5933 — Dosage du nickel total dans l'acide borique, l'oxyde borique et les tétraborates disodiques, et du nickel soluble en milieu alcalin dans les borates de sodium bruts — Méthode photométrique à la furil α -dioxime.
D	ISO 5934 — Dosage du cuivre et du manganèse solubles en milieu alcalin — Méthodes photométriques au bis(dibenzylthiocarbamate) de zinc et à la formaldéhyde oxime.
D	ISO 5935 — Dosage de la silice totale et de la silice soluble en milieu alcalin — Méthode photométrique.
D	ISO 5936 — Dosage des carbonates — Méthode gravimétrique.

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 5933:1980

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1ceb1acb-0978-42f1-8afe-fb458a111ec1/iso-5933-1980>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 5933:1980

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1ceb1acb-0978-42f1-8afe-fb458a111ec1/iso-5933-1980>