
Norme internationale



5934

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

Borates de sodium bruts à usage industriel — Dosage du cuivre et du manganèse solubles en milieu alcalin — Méthodes photométriques au bis(dibenzyldithiocarbamate) de zinc et à la formaldéhyde oxime

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

Crude sodium borates for industrial use — Determination of alkali-soluble copper and manganese contents — Zinc bis(dibenzyldithiocarbamate) and formaldehyde oxime photometric methods

ISO 5934:1980

Première édition — 1980-11-01

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9997f602-4af7-4c44-8ced-33abfe9eb4ca/iso-5934-1980>

CDU 661.652 : 543.42 : 546.56 + 546.711

Réf. n° : ISO 5934-1980 (F)

Descripteurs : composé minéral de bore, borate de sodium, analyse chimique, dosage, cuivre, manganèse, milieu alcalin, analyse spectrophotométrique.

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 5934 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 :

[ISO 5934:1980](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9997f602-4af7-4c44-8ced-33abfe9eb4ca/iso-5934-1980)

Afrique du Sud, Rép. d'	Egypte, Rép. arabe d'	Roumanie
Allemagne, R. F.	France	Royaume-Uni
Australie	Hongrie	Suisse
Autriche	Inde	Tchécoslovaquie
Belgique	Israël	Thaïlande
Brésil	Italie	URSS
Bulgarie	Mexique	Yougoslavie
Chine	Philippines	
Corée, Rép. de	Pologne	

Le comité membre du pays suivant l'a désapprouvée pour des raisons techniques :

Pays-Bas

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

Borates de sodium bruts à usage industriel — Dosage du cuivre et du manganèse solubles en milieu alcalin — Méthodes photométriques au bis(dibenzylthiocarbamate) de zinc et à la formaldéhyde oxime

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie des méthodes photométriques au bis(dibenzylthiocarbamate) de zinc et à la formaldéhyde oxime pour les dosages successifs du cuivre et du manganèse solubles en milieu alcalin dans les borates de sodium bruts à usage industriel.

Les méthodes sont applicables aux produits dont les teneurs en cuivre et en manganèse solubles en milieu alcalin sont, respectivement, supérieures à 0,25 et 0,5 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

3.1 Dosage du cuivre

Formation d'un complexe coloré obtenu par réaction du bis(dibenzylthiocarbamate) de zinc avec le cuivre contenu dans une partie aliquote de la solution d'essai A (voir ISO 2217).

Extraction de ce complexe par le tétrachlorure de carbone, suivie d'un mesurage photométrique du complexe coloré dans la phase organique à une longueur d'onde de 435 nm environ.

Conservation de la phase aqueuse pour le dosage du manganèse.

3.2 Dosage du manganèse

À la phase aqueuse obtenue après le dosage du cuivre, ajout du tartrate de potassium et de sodium, pour faciliter la séparation ultérieure du manganèse, et de diéthylthiocarbamate de sodium à pH 6 à 7, pour former du bis(diéthylthiocarbamate) de manganèse (et pour réagir de même avec d'autres métaux).

Extraction de ces complexes par le tétrachlorure de carbone, suivie d'une évaporation de la phase organique, en présence d'acide chlorhydrique, pour détruire les diéthylthiocarbamates.

Ajout d'acide ascorbique pour supprimer l'interférence du fer.

Ajout de formaldéhyde oxime en milieu alcalin, pour former le complexe coloré manganèse-formaldéhyde oxime et mesurage photométrique à une longueur d'onde de 450 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 Tétrachlorure de carbone.

AVERTISSEMENT — Le tétrachlorure de carbone est toxique. Éviter d'en respirer les vapeurs et éviter le contact avec les yeux. Effectuer toutes les opérations qui utilisent ce produit sous une hotte, à distance de sources intenses de chaleur.

4.2 Acide chlorhydrique, solution à 73 g/l environ.

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

4.4 Acide ascorbique, solution à 200 g/l, fraîchement préparée.

4.5 Tartrate de potassium et de sodium, solution à 200 g/l.

Rejeter la solution lorsqu'elle devient trouble.

4.6 Bis(dibenzylthiocarbamate) de zinc, solution à 0,5 g/l dans le tétrachlorure de carbone (4.1).

Rejeter la solution lorsqu'elle devient trouble.

4.7 Diéthylthiocarbamate de sodium, solution à 20 g/l.

Rejeter la solution après 1 semaine.

4.8 Formaldéhyde oxime, solution à 5 mol/l environ.

Dissoudre 350 g de chlorure d'hydroxylammonium dans 500 ml d'eau environ, ajouter 375 ml de solution de formaldéhyde à 40 % (V/V) et diluer à 1 000 ml.

Rejeter la solution lorsqu'elle devient trouble.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 5934:1980
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/99971002-4a1/-4c44-8ced-33abfe9eb4ca/iso-5934-1980>

4.9 Cuivre, solution étalon correspondant à 0,100 g de cuivre (Cu) par litre.

Peser, à 0,000 1 g près, exactement 0,1 g de cuivre électrolytique, ajouter 10 ml de solution d'acide nitrique à 500 g/l environ et agiter jusqu'à dissolution complète. Transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 0,1 mg de Cu.

4.10 Cuivre, solution étalon correspondant à 0,010 g de cuivre (Cu) par litre.

Transférer 10,0 ml de la solution étalon de cuivre (4.9) dans une fiole jaugée de 100 ml, compléter au volume et homogénéiser.

Préparer cette solution au moment de l'emploi.

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

4.11 Manganèse, solution étalon correspondant à 0,100 g de manganèse (Mn) par litre.

Transférer, dans une fiole conique de 250 ml, 0,143 8 g, pesé à 0,000 1 g près, de permanganate de potassium. Ajouter 100 ml d'eau, dissoudre, et ajouter goutte à goutte, jusqu'à ce que la coloration disparaisse, une solution saturée de dioxyde de soufre. Faire bouillir pour enlever l'excès de dioxyde de soufre et refroidir. Transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 500 ml, compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 0,1 mg de Mn.

4.12 Manganèse, solution étalon correspondant à 0,010 g de manganèse (Mn) par litre.

Transférer 10,0 ml de la solution étalon de manganèse (4.11) dans une fiole jaugée de 100 ml, compléter au volume et homogénéiser.

Préparer cette solution au moment de l'emploi.

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

4.13 Bleu de bromothymol, solution éthanolique à 1 g/l.

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Spectrophotomètre, ou

5.2 Photomètre.

5.3 Cuves optiques.

5.3.1 Cuves, de 4 ou 5 cm d'épaisseur et de 7 à 8 ml de capacité maximale, pour le dosage du cuivre.

5.3.2 Cuves, de 4 ou 5 cm d'épaisseur et de capacité normale, pour le dosage du manganèse.

6 Mode opératoire

6.1 Prise d'essai

Transvaser 100,0 ml de solution A (voir ISO 2217) dans une ampoule à décanter de 250 ml.

6.2 Essais à blanc

En même temps que les dosages, effectuer les essais à blanc en utilisant le même mode opératoire et les mêmes quantités de tous les réactifs que celles utilisées pour les dosages, mais en utilisant 100,0 ml de la solution B à la place de la solution A (voir ISO 2217).

6.3 Établissement des courbes d'étalonnage

6.3.1 Préparation des solutions témoins et développement de la coloration

6.3.1.1 Solutions témoins de cuivre

Dans une série de cinq ampoules à décanter de 250 ml contenant chacune 20 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.2), ajouter les volumes de la solution étalon de cuivre (4.10) indiqués dans le tableau 1.

Tableau 1

Solution étalon de cuivre (4.10)	Masse correspondante de cuivre
ml	µg
0,0*	0,0
0,25	2,5
0,50	5,0
0,75	7,5
1,00	10,0

* Solution de compensation.

Au contenu de chaque ampoule à décanter, ajouter 100 ml d'eau et, à l'aide d'une pipette, 10,0 ml de la solution de bis(dibenzylidithiocarbamate) de zinc (4.6). Boucher les ampoules, les agiter énergiquement durant 1 min et laisser décanter les phases liquides.

Verser la phase la plus dense (organique) dans un entonnoir muni d'un papier filtre sec et recueillir la quantité appropriée de filtrat dans l'une des cuves (5.3.1).

6.3.1.2 Solutions témoins de manganèse

Dans une série de quatre fioles jaugées de 25 ml, introduire les

volumes de la solution étalon de manganèse (4.12) indiqués dans le tableau 2.

Tableau 2

Solution étalon de manganèse (4.12)	Masse correspondante de manganèse
ml	µg
0,0*	0
0,50	5,0
1,00	10,0
2,00	20,0

* Solution de compensation.

Au contenu de chaque fiole, ajouter 10 ml d'eau, 2,5 ml de la solution d'acide ascorbique (4.4), puis, fiole par fiole, ajouter 1 ml de la solution de formaldéhyde oxime (4.8) et, immédiatement après, 5 ml de la solution d'hydroxyde de sodium (4.3). Compléter au volume et homogénéiser.

Après 5 min, transvaser la solution sur un entonnoir muni d'un papier filtre sec et recueillir la quantité appropriée de filtrat dans l'une des cuves (5.3.2).

6.3.2 Mesurages photométriques

À l'aide du spectrophotomètre (5.1) réglé aux longueurs d'onde de 435 nm environ pour le cuivre et 450 nm pour le manganèse, ou du photomètre (5.2) muni de filtres appropriés pour assurer une transmission maximale à une longueur d'onde comprise entre 430 nm et 440 nm pour le cuivre et de 450 nm environ pour le manganèse, mesurer l'absorbance de chaque solution après avoir réglé l'appareil au zéro d'absorbance par rapport au tétrachlorure de carbone pour le cuivre et par rapport à l'eau pour le manganèse.

6.3.3 Tracé des courbes d'étalonnage

Déduire l'absorbance de la solution de compensation de celles des solutions témoins correspondantes (voir 6.3.1.1 et 6.3.1.2).

Tracer les courbes en portant, par exemple, sur l'axe des abscisses, les masses, en microgrammes, de cuivre ou de manganèse contenues dans les solutions témoins et, sur l'axe des ordonnées, les valeurs correspondantes des absorbances.

6.4 Dosage

6.4.1 Préparation des solutions d'essai et développement de la coloration

6.4.1.1 Cuivre

Ajouter, à la prise d'essai (6.1), 3,0 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.2) et 10,0 ml de la solution de bis(dibenzyl)di-thiocarbamate de zinc (4.6). Boucher l'ampoule, l'agiter énergiquement durant 1 min et laisser décanter les phases liquides.

Verser la phase la plus dense (organique) dans un entonnoir muni d'un papier filtre sec et recueillir la quantité appropriée de filtrat dans l'une des cuves (5.3.1). Réserver la solution aqueuse pour la préparation de la solution d'essai de manganèse (6.4.1.2).

6.4.1.2 Manganèse

Ajouter 5 ml du tétrachlorure de carbone (4.1) dans l'ampoule à décanter contenant la solution aqueuse (6.4.1.1) de laquelle le cuivre a été éliminé. Agiter énergiquement l'ampoule durant 1 min et laisser décanter les phases liquides. Rejeter la phase la plus dense (organique).

Répéter cette extraction, puis ajouter dans l'ordre indiqué, à la solution aqueuse, en agitant l'ampoule à décanter après chaque addition,

9,0 ml de la solution d'hydroxyde de sodium (4.3),

20 ml de la solution de tartrate de potassium et de sodium (4.5), et

5 gouttes de la solution de bleu de bromothymol (4.13).

Ajouter, goutte à goutte, la solution d'hydroxyde de sodium (4.3) jusqu'à virage de la coloration jaune au bleu.

Ajouter 10 ml de la solution de diéthylthiocarbamate de sodium (4.7) et 20 ml du tétrachlorure de carbone (4.1). Boucher l'ampoule à décanter, agiter durant 5 min, laisser décanter les phases liquides et verser la phase la plus dense (organique) dans un bécher de 250 ml. Ajouter 20 ml supplémentaires de tétrachlorure de carbone (4.1), agiter l'ampoule durant 5 min et, après avoir laissé décanter les phases liquides, transvaser la phase la plus dense (organique) dans le bécher de 250 ml.

Extraire une troisième fois avec 10 ml du tétrachlorure de carbone (4.1) et transvaser à nouveau la phase la plus dense (organique) dans le bécher de 250 ml.

Ajouter 5 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.2) à l'extrait combiné et, en prenant des précautions appropriées, évaporer complètement le tétrachlorure de carbone tout en retenant la solution résiduaire aqueuse. Refroidir, ajouter 2,5 ml de la solution d'acide ascorbique (4.4), 1,0 ml de la solution de formaldéhyde oxime (4.8) et, immédiatement, 10,0 ml de la solution d'hydroxyde de sodium (4.3). Homogénéiser. Transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 25 ml, compléter au volume et homogénéiser.

Après 5 min, transvaser la solution sur un entonnoir muni d'un papier filtre sec et recueillir la quantité appropriée de filtrat dans l'une des cuves (5.3.2).

6.4.2 Mesurages photométriques

Mesurer les absorbances des solutions d'essai et celles des solutions des essais à blanc selon les modalités spécifiées en 6.3.2.

7 Expression des résultats

En se référant à la courbe d'étalonnage appropriée (6.3.3), déterminer les masses de cuivre et de manganèse correspondant aux absorbances des solutions d'essai et à celles des solutions des essais à blanc.

7.1 Teneur en cuivre

La teneur en cuivre, exprimée en milligrammes de Cu par kilogramme, est donnée par la formule

$$\frac{m_1}{1\ 000} \times \frac{500}{100} \times \frac{1\ 000}{m_0} = \frac{5\ m_1}{m_0}$$

où

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai utilisée pour la préparation de la solution A (voir ISO 2217);

m_1 est la masse, en microgrammes, de cuivre trouvée dans la prise d'essai (6.1).

7.2 Teneur en manganèse

La teneur en manganèse, exprimée en milligrammes de Mn par kilogramme, est donnée par la formule

$$\frac{m_2}{1\ 000} \times \frac{500}{100} \times \frac{1\ 000}{m_0} = \frac{5\ m_2}{m_0}$$

où

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai utilisée pour la préparation de la solution A (voir ISO 2217);

m_2 est la masse, en microgrammes, de manganèse trouvée dans la prise d'essai (6.1).

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.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 5934-1980

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5934-1980/5934-1980-4af7-4c44-8ced-33abfe9eb4ca/iso-5934-1980>

Annexe

Publications ISO relatives aux borates de sodium bruts à usage industriel

- ISO 1918 — Dosage des composés soufrés — Méthode volumétrique.
- ISO 2216 — Dosage de l'oxyde de sodium et de l'oxyde borique — Méthode volumétrique
- ISO 2217 — Détermination des matières insolubles en milieu alcalin, et préparation des solutions d'essai.
- ISO 2218 — Détermination de la perte de masse après chauffage à 900 °C.
- ISO 2760 — Dosage de l'aluminium total — Méthode titrimétrique.
- ISO 2761 — Dosage du titane total — Méthode photométrique.
- ISO 3120 — Dosage de l'eau — Méthode gravimétrique.
- ISO 3122 — Dosage du fer — Méthode photométrique au bipyridyle-2,2'.
- ISO 3124 — Dosage du fer soluble en milieu alcalin — Méthode photométrique au bipyridyle-2,2'.
- ISO 3125 — Dosage de l'aluminium soluble en milieu alcalin — Méthode titrimétrique à l'EDTA.
- 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.
- ISO 5934 — Dosage du cuivre et du manganèse solubles en milieu alcalin — Méthodes photométriques au bis(dibenzylthiocarbamate) de zinc et à la formaldéhyde oxime.
- ISO 5935 — Dosage de la silice totale et de la silice soluble en milieu alcalin — Méthode photométrique.
- ISO 5936 — Dosage des carbonates — Méthode gravimétrique.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standard/iso/9997/602-1/7-4/44-8ced-33abfe9eb4ca/iso-5934-1980>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 5934:1980

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9997f602-4af7-4c44-8ced-33abfe9eb4ca/iso-5934-1980>