

---

# Norme internationale



# 5935

---

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

---

## **Borates de sodium bruts à usage industriel — Dosage de la silice totale et soluble en milieu alcalin — Méthode spectrométrique au molybdosilicate**

*Crude sodium borates for industrial use — Determination of total and alkali-soluble silica contents — Molybdosilicate spectrometric method*

Première édition — 1984-06-15

**(standards.iteh.ai)**

[ISO 5935:1984](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/48e44852-f204-4744-842e-a67f61c1f073/iso-5935-1984)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/48e44852-f204-4744-842e-a67f61c1f073/iso-5935-1984>

---

CDU 661.652 : 543.42 : 546.284-31

Réf. n° : ISO 5935-1984 (F)

Descripteurs : produit industriel, borate de sodium, analyse chimique, dosage, silice, appareil, méthode 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 5935 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 47, *Chimie*, et a été soumise aux comités membres en janvier 1983.

**iTeh STANDARD PREVIEW**

(standards.iteh.ai)

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée: [ISO 5935:1984](#)

Afrique du Sud, Rép. d'	Hongrie	Portugal
Allemagne, R.F.	Inde	Royaume-Uni
Autriche	Italie	Suisse
Belgique	Nigeria	Tchécoslovaquie
Chine	Nouvelle-Zélande	URSS
France	Pologne	

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/48e44852-f204-4744-842e-a67f61c1075480-5935-1984>

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

Australie

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 de la silice totale et soluble en milieu alcalin — Méthode spectrométrique au molybdosilicate

## 1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode spectrométrique au molybdosilicate pour le dosage de la silice totale et soluble en milieu alcalin dans les borates de sodium bruts à usage industriel.

La méthode est applicable aux produits dont la teneur en silice totale est comprise entre 0,4 et 4,0 % (*m/m*) et dont la teneur en silice soluble en milieu alcalin est comprise entre 0,01 et 0,05 % (*m/m*).

## 2 Principe

Préparation des solutions d'essai par

- fusion d'une prise d'essai avec du carbonate de sodium pour le dosage de la silice totale, et
- dissolution d'une fraction de la prise d'essai soluble en milieu alcalin dans une solution d'hydroxyde de sodium pour le dosage de la silice soluble en milieu alcalin.

Formation du molybdosilicate, suivie d'un mesurage spectrométrique à une longueur d'onde aux environs de 400 nm.

## 3 Réactifs et produits

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau bidistillée conservée dans un flacon en polyéthylène.

### 3.1 Carbonate de sodium, anhydre.

**3.2 Acide sulfurique**, solution à 36,5 % (*m/m*) environ, préparée par dilution 1 → 4 d'acide sulfurique à 96 % (*m/m*) environ.

Conserver dans un flacon en polyéthylène.

**3.3 Molybdate d'ammonium tétrahydraté**  
[Heptamolybdate d'hexa-ammonium tétrahydraté]  
[(NH<sub>4</sub>)<sub>6</sub>Mo<sub>7</sub>O<sub>24</sub>, 4H<sub>2</sub>O], solution à 80 g/l.

Conserver dans un flacon en polyéthylène. Rejeter la solution dès qu'elle devient trouble.

### 3.4 Hydroxyde d'ammonium, solution à 87,5 g/l environ.

Conserver dans un flacon en polyéthylène.

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

Conserver dans un flacon en polyéthylène.

### 3.6 Mannitol, solution à 100 g/l environ.

Conserver dans un flacon en polyéthylène.

### 3.7 Silice, solution étalon correspondant à 0,200 g de silice (SiO<sub>2</sub>) par litre.

Dans un creuset en platine, faire fondre 0,200 g de silice pure avec 2 g du carbonate de sodium (3.1) jusqu'à l'obtention d'une masse fondue claire. Refroidir, dissoudre la masse fondue dans de l'eau, puis transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 100 ml, compléter au volume et homogénéiser.

Transvaser cette solution immédiatement dans un flacon en polyéthylène. La rejeter après 1 mois.

1 ml de cette solution étalon contient 0,200 mg de SiO<sub>2</sub>.

### 3.8 Phénolphtaléine, solution à 1 g/l dans de l'éthanol à 95 % (V/V).

### 3.9 Papier indicateur de pH, universel.

## 4 Appareillage

L'appareillage qui sera en contact avec la solution d'essai doit être exempt de silice (par exemple en polyéthylène) pour éviter toute contamination. Les fioles jaugées peuvent, toutefois, être en verre à condition qu'elles ne soient ni rayées ni dépolies.

**4.1 Spectromètre à sélecteur de radiations à variation continue**, équipé de cuves de 4 ou 5 cm d'épaisseur pour le dosage de la silice soluble en milieu alcalin et de 1 cm d'épaisseur pour le dosage de la silice totale, ou

**4.2 Spectromètre à sélecteur de radiations à variation discontinue**, équipé de cuves similaires.

**4.3 pH-mètre**, avec électrode de mesure en verre et électrode de référence au calomel.

**4.4 Creuset en platine**, de capacité 40 ml environ, muni d'un couvercle.

**4.5 Capsule en platine**, de capacité 80 ml environ.

**4.6 Papiers filtres pour filtration lente** (pour précipités fins), de diamètre 110 mm environ.

**4.7 Dispositif de filtration sous vide**, comportant un entonnoir de Buchner de diamètre interne 90 mm environ, muni d'un des papiers filtres (4.6) dont le périmètre s'adapte sur les parois de l'entonnoir, et une fiole à filtrer reliée à une trompe à eau et à une fiole de garde.

## 5 Mode opératoire

### 5.1 Prise d'essai

#### 5.1.1 Dosage de la silice totale

Dans le creuset en platine (4.4), peser, à 0,005 g près, 0,5 g environ de l'échantillon pour laboratoire finement broyé et homogénéisé.

#### 5.1.2 Dosage de la silice soluble en milieu alcalin

Dans un bécher en polyéthylène de 500 ml, peser, à 0,01 g près,  $10 \pm 0,1$  g de l'échantillon pour laboratoire finement broyé et homogénéisé.

### 5.2 Essais à blanc

Effectuer, parallèlement aux dosages et en suivant le même mode opératoire, des essais à blanc en employant les mêmes quantités de tous les réactifs que celles utilisées pour les dosages, mais en omettant les prises d'essai.

### 5.3 Établissement de la courbe d'étalonnage

#### 5.3.1 Préparation des solutions témoins et développement de la coloration

Dans une série de six béchers de 100 ml, introduire les volumes de la solution étalon de silice (3.7) indiqués dans le tableau suivant et amener chacun d'eux à 40 ml environ avec de l'eau.

Tableau

Solution étalon de silice (3.7), ml		Masse correspondante de silice, mg	
Silice totale	Silice soluble en milieu alcalin	Silice totale	Silice soluble en milieu alcalin
0 *	0 *	0 *	0 *
1,0	0,50	0,200	0,100
3,0	1,00	0,600	0,200
4,0	1,50	0,800	0,300
7,0	2,00	1,400	0,400
10,0	2,50	2,000	0,500

\* Essai à blanc des réactifs pour l'étalonnage.

Traiter le contenu de chaque bécher de la façon suivante.

Plonger les électrodes du pH-mètre (4.3) dans la solution et ajuster le pH à 1,4 par addition goutte à goutte de la solution d'acide sulfurique (3.2). Ajouter 10 ml de la solution de molybdate d'ammonium (3.3) et réajuster le pH à 1,4 à l'aide de la solution d'acide sulfurique (3.2). Transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 100 ml et laisser reposer durant 10 min. Ajouter 10 ml de la solution de mannitol (3.6) et compléter au volume avec de l'eau. Homogénéiser parfaitement et laisser reposer durant 5 à 15 min à la température ambiante.

#### 5.3.2 Mesurages spectrométriques

À l'aide du spectromètre (4.1) réglé à une longueur d'onde aux environs de 400 nm, ou du spectromètre (4.2) muni d'un filtre approprié, et de cuves d'épaisseurs appropriées (voir 4.1 et 4.2), mesurer l'absorbance de chaque solution après avoir ajusté l'appareil au zéro d'absorbance par rapport à l'eau.

#### 5.3.3 Tracé de la courbe d'étalonnage

Déduire l'absorbance de l'essai à blanc des réactifs pour l'étalonnage de celle des solutions témoins (voir 5.3.1). Tracer un graphique en portant, par exemple, sur l'axe des abscisses, les masses, en milligrammes, de silice 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 en vue du dosage de la silice totale

Ajouter 1 g du carbonate de sodium (3.1) dans le creuset en platine (4.4) contenant la prise d'essai (5.1.1), mélanger, couvrir le creuset avec son couvercle, chauffer le contenu avec précaution et le maintenir juste à la température de fusion jusqu'à l'obtention d'une masse fondue claire. Laisser refroidir, retirer le couvercle et le rincer avec 25 ml d'eau chaude, qui sont recueillis dans le creuset. Agiter jusqu'à dissolution complète de la masse fondue et transvaser quantitativement la solution dans la capsule en platine (4.5). Ajouter 1 goutte de la solution de phénolphthaléine (3.8) comme indicateur et neutraliser la solution par addition de la solution d'acide sulfurique (3.2). Ajouter 2 ml supplémentaires de cet acide, faire bouillir doucement pour éliminer le dioxyde de carbone, et laisser refroidir. Transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 100 ml, compléter au volume et homogénéiser. Transvaser immédiatement 10,0 ml de cette solution dans un bécher de 250 ml et amener le volume à 50 ml environ avec de l'eau. Cette solution constitue la solution d'essai pour le développement de la coloration (voir 5.4.3).

#### 5.4.2 Préparation de la solution d'essai en vue du dosage de la silice soluble en milieu alcalin

Ajouter 50 ml de la solution d'hydroxyde de sodium (3.5) dans le bécher utilisé en 5.1.2, chauffer à 80 °C environ et agiter durant 5 min, en utilisant un agitateur en PTFE, pour casser les particules. Placer l'un des papiers filtres (4.6) dans le dispositif de filtration (4.7), mouiller le papier et faire fonctionner la

pompe à vide de sorte à maintenir un léger vide dans la fiole à filtrer. Filtrer le contenu du bécher en utilisant autant que possible le maximum de la surface de papier filtre pour accélérer la filtration, sans permettre au liquide de remonter sur le bord du papier. Laver le bécher, la matière insoluble et le filtre avec plusieurs petites portions d'eau jusqu'à ce que le filtrat ne soit plus alcalin après vérification avec le papier indicateur (3.9). Transvaser quantitativement le filtrat dans une fiole jaugée de 500 ml. Ajouter 1 goutte de la solution de phénolphaléine (3.8) comme indicateur et neutraliser la solution par addition de la solution d'acide sulfurique (3.2). Ajouter 2 ml supplémentaires de cet acide, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser. Transvaser immédiatement 50,0 ml de cette solution dans un bécher de 250 ml. Cette solution constitue la solution d'essai pour le développement de la coloration (voir 5.4.3).

#### 5.4.3 Développement de la coloration

Plonger les électrodes du pH-mètre (4.3) dans la solution d'essai fraîchement préparée (5.4.1 ou 5.4.2) et ajuster le pH à 1,4 par addition goutte à goutte, comme il convient, soit de la solution d'acide sulfurique (3.2), soit de la solution d'hydroxyde d'ammonium (3.4). Procéder suivant les modalités spécifiées dans le dernier alinéa de 5.3.1, en commençant à l'instruction « Ajouter 10 ml de la solution de molybdate d'ammonium (3.3)... ».

#### 5.4.4 Mesurage spectrométrique

Mesurer l'absorbance de la solution suivant les modalités spécifiées en 5.3.2.

## 6 Expression des résultats

En se référant à la courbe d'étalonnage (5.3.3), déterminer les masses de silice correspondant aux absorbances de la solution d'essai et de la solution d'essai à blanc.

### 6.1 Teneur en silice totale

La teneur en silice totale, exprimée en pourcentage en masse de SiO<sub>2</sub>, est donnée par la formule

$$(m_1 - m_2) \times \frac{1}{1\,000} \times \frac{100}{10} \times \frac{100}{m_0}$$

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

où

$m_0$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai (5.1.1);

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

$m_2$  est la masse, en milligrammes, de silice trouvée dans la solution d'essai à blanc (5.2).

### 6.2 Teneur en silice soluble en milieu alcalin

La teneur en silice soluble en milieu alcalin, exprimée en pourcentage en masse de SiO<sub>2</sub>, est donnée par la formule

$$(m_4 - m_5) \times \frac{1}{1\,000} \times \frac{500}{50} \times \frac{100}{m_3}$$

$$= \frac{m_4 - m_5}{m_3}$$

où

$m_3$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai (5.1.2);

$m_4$  est la masse, en milligrammes, de silice trouvée dans la solution d'essai (5.4.2);

$m_5$  est la masse, en milligrammes, de silice trouvée dans la solution d'essai à blanc (5.2).

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 5935:1984

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/48e44852-f204-4744-842e-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/48e44852-f204-4744-842e-a67f61c1f073/iso-5935-1984)

[a67f61c1f073/iso-5935-1984](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/48e44852-f204-4744-842e-a67f61c1f073/iso-5935-1984)

## 7 Procès-verbal d'essai

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

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

## 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  $\alpha$ -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 soluble en milieu alcalin — Méthode spectrométrique au molybdosilicate.
- ISO 5936 — Dosage des carbonates — Méthode gravimétrique.
- ISO 6918 — Dosage du calcium et du magnésium total et du calcium et du magnésium solubles en milieu alcalin — Méthode par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme.
- ISO 6920 — Dosage du calcium et du magnésium total et du calcium et du magnésium solubles en milieu alcalin — Méthode titrimétrique.

Page blanche

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

ISO 5935:1984

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/48e44852-f204-4744-842e-a67f61c1f073/iso-5935-1984>

Page blanche

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

ISO 5935:1984

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/48e44852-f204-4744-842e-a67f61c1f073/iso-5935-1984>