
Norme internationale



5936

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

Borates de sodium bruts à usage industriel — Dosage des carbonates — Méthode gravimétrique

Crude sodium borates for industrial use — Determination of carbonate content — Gravimetric method

Première édition — 1980-11-01

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 5936:1980

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c3054f68-bf38-457a-9d41-e571f690ff4d/iso-5936-1980>

CDU 661.833.612 : 543.21 : 546.264

Réf. n° : ISO 5936-1980 (F)

Descripteurs : composé minéral de bore, borate de sodium, perborate de sodium, analyse chimique, dosage, carbonate, méthode gravimétrique.

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 5936 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 47, *Chimie*, et a été soumise aux comités membres en octobre 1978.

STANDARD PREVIEW
(standards.itech.ai)

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

Afrique du Sud, Rép. d'	Égypte, Rép. arabe d'	ISO 5936:1980
Allemagne, R. F.	France	http://standards.itech.ai/catalog/standards/sist/c3054f68-bf38-457a-9d41-e571f6201448/iso-5936-1980
Australie	Hongrie	Roumanie
Autriche	Inde	Royaume-Uni
Belgique	Israël	Suisse
Bésil	Italie	Tchécoslovaquie
Bulgarie	Mexique	Thaïlande
Chine	Pays-Bas	URSS
Corée, Rép. de	Philippines	Yougoslavie

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

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 des carbonates — Méthode gravimétrique

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode gravimétrique pour le dosage des carbonates dans les borates de sodium bruts à usage industriel.

2 Principe

Réaction du carbonate contenu dans une prise d'essai avec l'acide chlorhydrique, absorption dans de l'amianté sodée du dioxyde de carbone dégagé et mesurage de l'augmentation de la masse.

3 Réactif

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

3.1 Amianté sodée, en particules de 0,85 à 1,20 mm, contenant un indicateur de saturation.

3.2 Sulfate de calcium, anhydre, en granules de 0,85 à 1,20 mm, contenant un indicateur de saturation.

Ce desséchant peut être réactivé, mais perd graduellement sa couleur au cours des régénérations successives, du fait de la migration du sel coloré à l'intérieur des granules.

3.3 Carbonate de sodium, anhydre.

3.4 Solution sulfurique d'acide chromique.

Dissoudre, avec les précautions d'usage, $25 \pm 0,5$ g de dichromate de potassium dans 1 000 ml de solution d'acide sulfurique (3.5).

3.5 Acide sulfurique, ρ 1,84 g/ml environ, solution à 96 % (m/m) environ.

3.6 Acide chlorhydrique, solution à 219 g/l environ, coloré par ajout de deux gouttes d'une solution de méthyl-orange à 1 g/l.

4 Appareillage

Matériel courant de laboratoire et batterie d'absorption et de dégagement des gaz. Il est important d'installer la batterie comme il est indiqué sur la figure. Elle se compose des éléments suivants :

4.1 Tube absorbeur rempli d'amianté sodée (3.1) et raccordé à l'ampoule (4.2).

Renouveler l'amianté sodée lorsqu'elle est à moitié saturée comme indiqué par le changement de la couleur.

4.2 Ampoule, de capacité 25 ml environ, avec un robinet et un tube plongeant comme indiquée à la figure.

4.3 Allonge, pour relier l'ampoule (4.2) et le réfrigérant (4.5) au ballon de réaction (4.4).

4.4 Ballon de réaction, à fond plat et de capacité 250 ml. Un ballon à fond rond peut être utilisé si l'on chauffe avec un chauffe-ballon.

4.5 Réfrigérant, raccordé à la branche latérale de l'allonge (4.3). Si on le désire, on peut raccorder le flacon laveur de Durand (4.6.1) à l'aide d'un joint conique en verre rodé.

4.6 Flacons laveurs de Durand, de capacité 50 ml. Les flacons servent aussi de garde en empêchant le liquide de revenir en arrière. Deux d'entre eux (4.6.1 et 4.6.2) sont à moitié remplis de la solution sulfurique d'acide chromique (3.4) pour enlever l'eau et le dioxyde de soufre et le troisième (4.6.3) est à moitié rempli de la solution d'acide sulfurique (3.5) pour empêcher l'entrée de l'humidité atmosphérique.

Recharger les flacons (4.6.1 et 4.6.2) après 6 à 7 utilisations, ou plus fréquemment encore s'ils montrent des signes de saturation se manifestant par l'apparition d'une coloration verdâtre.

4.7 Tube en verre, d'environ 150 mm de longueur et 10 mm de diamètre nominal rempli avec le desséchant (3.2) qui ne doit pas être tassé trop fortement. Si le desséchant tend à fondre et empêche le gaz de passer, des perles de verre ou autre matériau inerte devront être introduits dans le milieu du tube afin de réduire cette tendance.

4.8 Flacon absorbeur de Fleming (deux pièces), à joints rodés en verre. La partie supérieure (la plus petite) est remplie avec le desséchant (3.2) pour retenir l'eau formée par la réaction du dioxyde de carbone avec l'amiante sodée (3.1); la partie inférieure est remplie avec l'amiante sodée (3.1).

NOTE — Si une plus grande sensibilité est nécessaire, le flacon absorbeur de Fleming peut être remplacé par un dispositif de moindre masse.

4.9 Tube en verre, de dimension appropriée pour s'adapter à la place du flacon absorbeur de Fleming (4.8) quand ce dernier n'est pas dans le train d'appareillage.

4.10 Générateur de vide.

Si une trompe à eau est utilisée, elle doit être séparée du reste de l'appareil par la grande fiole de garde d'au moins 2 000 ml de capacité, pour empêcher tout retour d'eau. Le vide doit être réglé de préférence à l'aide d'une vanne à pointe.

NOTE — Le volume d'air dans la batterie d'absorption devra être le plus réduit possible et les raccords devront être aussi courts que possible.

4.11 Perles de verre, de diamètre 2 à 4 mm.

5 Mode opératoire

5.1 Prise d'essai

En rapport avec la teneur présumée en carbonates, peser à 0,1 g près, dans le ballon (4.4) la masse de la prise d'essai spécifiée dans le tableau suivant.

Teneur présumée en carbonates % (m/m)	Masse de la prise d'essai g
< 0,5	25,0
de 0,5 à 1,0	15,0
> 1,0	7,5

5.2 Dosage

S'assurer que l'ampoule (4.2) et son tube ont été rincés après l'essai précédent, jusqu'à être exempts d'acide. Ouvrir le robinet d'arrêt de l'ampoule et faire fonctionner l'aspiration pour chasser le dioxyde de carbone de l'appareil.

Contrôler l'étanchéité de l'appareil comme suit. Fermer le robinet d'arrêt de l'ampoule (4.2) et vider d'air l'appareil jusqu'à ce qu'aucune bulle ne soit observée et stopper l'aspiration. Contrôler le liquide dans les flacons de Durand (4.6.1, 4.6.2 et 4.6.3). Si l'on n'observe aucun mouvement, ouvrir lentement le robinet d'arrêt de l'ampoule pour remettre l'appareil à la pression atmosphérique, puis refermer le robinet. Si le liquide bouge, trouver la fuite et y remédier.

Ajouter quelques perles de verre (4.11) dans le ballon (4.4) et raccorder à nouveau le ballon à l'appareil. Fermer les robinets d'arrivée et de sortie du flacon absorbeur de Fleming (4.8) et le remplacer par le tube en verre (4.9). Faire passer un courant

d'air à travers l'appareil durant quelques minutes pour balayer le dioxyde de carbone. Régler l'aspiration à l'aide de la vanne à pointe de manière que 2 à 4 bulles par seconde passent dans l'appareil.

Peser le flacon absorbeur de Fleming (4.8) à 0,000 2 g près, les robinets d'arrivée et de sortie étant fermés.

Insérer rapidement le flacon absorbeur de Fleming (4.8) taré, à la place du tube en verre (4.9) et ouvrir à nouveau les robinets d'arrivée et de sortie de ce flacon. Fermer le robinet d'arrêt de l'ampoule (4.2), ôter le tube sécheur absorbeur (4.1), et remplir complètement l'ampoule (pour chasser l'air contenant le dioxyde de carbone) avec la solution d'acide chlorhydrique (3.6). Remettre le tube (4.1) et laisser fonctionner l'aspiration.

Ouvrir avec précaution le robinet d'arrêt de l'ampoule (4.2) et laisser toute la solution de l'acide chlorhydrique (3.6) passer lentement dans le ballon à réaction (4.4). Le robinet de l'ampoule étant encore ouvert, laisser l'air barboter à travers la batterie d'appareils à raison de 2 à 4 bulles par seconde. Chauffer la solution jusqu'à ébullition. Un chauffe-ballon peut être utilisé, mais le contrôle en est plus difficile qu'avec un brûleur ou une plaque chauffante; le mieux, pour remédier à une ébullition trop rapide, est de retirer provisoirement le chauffe-ballon.

La solution devra être nettement rouge après ébullition, indiquant un excès d'acide. Si ce n'est pas le cas, laisser le ballon se refroidir légèrement, fermer le robinet d'arrêt de l'ampoule (4.2) et remplir à nouveau au volume avec de la solution d'acide chlorhydrique (3.6). Ajouter la même quantité d'acide que précédemment et répéter le mode opératoire à partir de l'addition d'acide.

Après 15 min d'ébullition, fermer le robinet de sortie du flacon absorbeur de Fleming (4.8), puis le robinet d'arrivée (une fermeture en sens inverse provoquerait le vide dans l'absorbeur). Débrancher l'absorbeur de Fleming et peser à nouveau à 0,000 2 g près.

La masse de l'absorbeur, à la fin de ce dosage, peut être utilisée comme masse initiale pour le prochain dosage si le temps écoulé entre les déterminations ne dépasse pas 4 h.

6 Contrôle de l'efficacité de l'appareillage et du mode opératoire

Ce contrôle doit être effectué chaque fois qu'une analyse donne des résultats douteux qui peuvent être dus à des fuites, à l'agent desséchant ou à l'amiante sodée épuisé, à des produits chimiques de qualité médiocre, ou à une mauvaise manœuvre. Exécuter cet essai comme suit.

Sécher environ 25 g de carbonate de sodium anhydre (3.3) durant 2 h à 105 °C et laisser refroidir en dessiccateur. Peser, dans un vase à peser, $20 \pm 0,001$ g du produit sec, et transférer quantitativement dans une fiole jaugée de 500 ml avec de l'eau distillée fraîchement bouillie et refroidie. Laisser dissoudre, compléter au volume avec la même eau et homogénéiser.

Introduire 10,0 ml de cette solution dans le ballon à réaction (4.4) et suivre le mode opératoire spécifié en 5.2.

Le pourcentage en masse de dioxyde de carbone, calculé comme il est spécifié au chapitre 7, devra être de $41,5 \pm 0,8$ % (m/m).

7 Expression des résultats

La teneur en carbonates, exprimée en pourcentage en masse de dioxyde de carbone (CO₂) est donnée par la formule :

$$\frac{m_2 - m_1}{m_0} \times 100$$

où

*m*₀ est la masse, en grammes, de la prise d'essai (5.1);

*m*₁ est la masse, en grammes, du tube absorbeur de Fleming avant le dosage;

*m*₂ est la masse, en grammes, du tube absorbeur de Fleming après le dosage.

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 de toutes opérations facultatives.

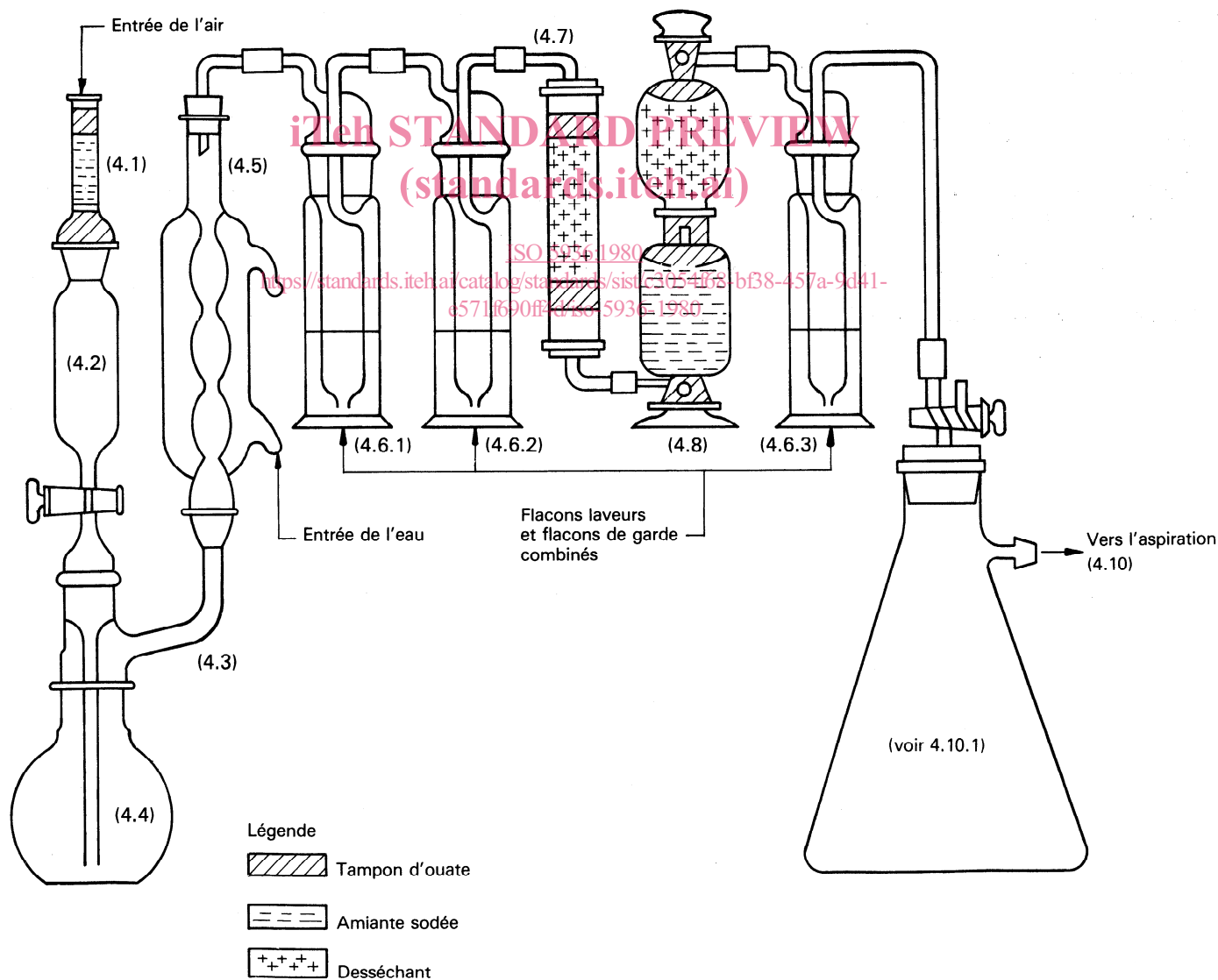


Figure — Appareillage pour le dosage gravimétrique du dioxyde de carbone (Schéma représentatif, non à l'échelle)

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 zinc bis(dibenzylthiocarbamate) 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.

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 5936:1980

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c3054f68-bf38-457a-9d41-e571f690ff4d/iso-5936-1980>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 5936:1980

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c3054f68-bf38-457a-9d41-e571f690ff4d/iso-5936-1980>