

Norme internationale



6382

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

Méthode générale de dosage du silicium — Méthode spectrophotométrique au molybdosilicate réduit

General method for determination of silicon content — Reduced molybdosilicate spectrophotometric method

Première édition — 1981-11-01

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6382:1981

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bc78d1a8-8d8e-432c-8165-0593af076cac/iso-6382-1981>

CDU 543.422 : 546.284-31

Réf. n° : ISO 6382-1981 (F)

Descripteurs : composé chimique, essai, dosage, silicium, méthode 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 6382 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 47, *Chimie*, et a été soumise aux comités membres en octobre 1979.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

Afrique du Sud, Rép. d'	Chine	Pologne
Allemagne, R.F.	Corée, Rép. de	Portugal
Australie	Égypte, Rép. arabe d'	Roumanie
Autriche	France	Royaume-Uni
Belgique	Hongrie	Suisse
Brésil	Inde	Tchécoslovaquie
Bulgarie	Italie	URSS
Canada	Pays-Bas	Yougoslavie

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

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

Méthode générale de dosage du silicium — Méthode spectrophotométrique au molybdosilicate réduit

AVERTISSEMENT — La manipulation de certains réactifs utilisés dans cette méthode présente certains dangers (voir les notes correspondantes.)

1 Objet

La présente Norme internationale spécifie une méthode générale de dosage du silicium par spectrophotométrie au molybdosilicate réduit.

Son objet est de décrire une technique de détermination de la teneur en silicium d'une solution; il conviendra de se référer, pour la préparation de la solution d'essai, à la Norme internationale particulière relative au produit à analyser qui pourra, par ailleurs, indiquer les modifications nécessaires pour rendre la méthode applicable à ce produit.

2 Domaine d'application

La méthode est applicable au dosage de quantités de silicium, exprimées en SiO_2 , comprises entre 2 et 200 μg dans la partie aliquote de la solution d'essai prélevée pour le dosage.

Le dosage n'est pas perturbé par les ions, les éléments ou les composés indiqués dans l'annexe A, lorsqu'ils sont présents séparément aux limites indiquées. Dans certains cas, ce tableau donne des indications sur le traitement à appliquer pour réduire ou supprimer les interférences.

3 Principe

Dépolymérisation de la silice éventuellement polymérisée par traitement au fluorure de sodium en présence d'acide chlorhydrique.

Formation du molybdosilicate oxydé (jaune) à pH $1,1 \pm 0,2$, en présence d'acide borique pour supprimer l'influence de l'ion fluorure.

Réduction sélective de ce complexe en présence d'acide oxalique et en milieu sulfurique d'acidité élevée afin d'éliminer l'interférence des phosphates.

Mesurage spectrophotométrique du complexe coloré bleu à une longueur d'onde correspondant au maximum d'absorption (aux environs de 800 nm).

4 Réactifs

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, exempts, dans toute la mesure du possible, de silice, et de l'eau bidistillée dans un appareil en quartz ou de l'eau de pureté équivalente.

NOTE — L'eau déminéralisée n'est pas appropriée.

Conserver tous les réactifs dans des flacons en matière exempte de silice (par exemple polyéthylène).

4.1 Acide sulfurique, solution à 440 g/l environ.

Ajouter, en prenant toutes les précautions d'usage, 240 ml d'acide sulfurique, ρ 1,84 g/ml [solution à 98 % (m/m)], à 500 ml d'eau, diluer à 1 000 ml et homogénéiser.

4.2 Acide chlorhydrique, solution à 150 g/l environ.

Diluer, en prenant toutes les précautions d'usage, 340 ml d'acide chlorhydrique, ρ 1,19 g/ml [solution à 38 % (m/m)], à 1 000 ml avec de l'eau.

4.3 Acide borique, solution saturée à la température ambiante (48 g/l environ).

4.4 Acide oxalique dihydraté $[(\text{COOH})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}]$, solution à 100 g/l.

NOTE — Nocif par contact avec la peau et par ingestion. Éviter le contact avec la peau et les yeux.

4.5 Fluorure de sodium, solution à 20 g/l.

Conserver cette solution dans un flacon en matière exempte de silice.

NOTE — Toxique par inhalation, contact avec la peau et par ingestion. En cas de contact avec les yeux, laver immédiatement et abondamment avec de l'eau et consulter un spécialiste.

En cas de malaise, consulter un médecin (si possible lui montrer l'étiquette).

4.6 Molybdate de *d*/sodium dihydraté, solution à 140 g/l.

Dissoudre, dans un bécher en polyéthylène, 35 g de molybdate de *d*/sodium dihydraté ($\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) dans 200 ml d'eau à 50 °C environ. Laisser refroidir à la température ambiante, transvaser dans une fiole jaugée de 250 ml et compléter au volume. Transvaser la solution dans un flacon en matière exempte de silice et filtrer avant l'emploi, si nécessaire.

Préparer cette solution au moment de l'emploi.

4.7 Solution réductrice.

Utiliser l'une des solutions indiquées ci-après.

4.7.1 Acide amino-4 hydroxynaphtalène-3 sulfonique-1, solution à 1,5 g/l.

a) Dissoudre 7 g de sulfite de sodium anhydre (Na_2SO_3) dans 50 ml d'eau. Ajouter 1,5 g d'acide amino-4 hydroxynaphtalène-3 sulfonique-1 ($\text{C}_{10}\text{H}_9\text{NO}_4\text{S}$) et le dissoudre en triturant.

b) Dissoudre 90 g de disulfite de *d*/sodium anhydre ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$) dans 900 ml d'eau.

Mélanger les deux solutions a) et b), et compléter le volume à 1 000 ml. Filtrer si nécessaire et conserver la solution au frais dans un flacon sombre en matière exempte de silice.

Renouveler cette solution toutes les 2 à 3 semaines.

NOTE — Irritant pour la peau et les yeux.

4.7.2 Acide L-ascorbique, solution à 25 g/l.

Dissoudre 2,5 g d'acide L-ascorbique dans de l'eau, compléter le volume à 100 ml et homogénéiser.

Préparer cette solution au moment de l'emploi.

4.8 Silice, solution étalon correspondant à 0,500 g de SiO_2 par litre.

Dans une capsule en platine, peser, à 0,001 g près, soit

— 0,500 g de silice (SiO_2) provenant d'acide silicique pur calciné à 1 000 °C jusqu'à masse constante (c'est-à-dire jusqu'à ce que deux pesées consécutives ne diffèrent pas de plus de 1 mg) et refroidi en dessiccateur garni de pentoxyde de *d*/phosphore,

soit

— 0,500 g de quartz pur, finement broyé et préalablement calciné durant 1 h à 1 000 °C et refroidi en dessiccateur garni de pentoxyde de *d*/phosphore.

Ajouter, au contenu de la capsule, 5 g de carbonate de sodium anhydre. Bien mélanger, de préférence à l'aide d'une spatule en platine, et fondre soigneusement jusqu'à l'obtention d'une masse claire et transparente.

Laisser refroidir, ajouter de l'eau chaude, chauffer modérément jusqu'à complète dissolution et transvaser quantitativement la solution dans un bécher en matière exempte de silice.

Refroidir, diluer la solution à 500 ml environ, la transvaser ensuite quantitativement dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser. Transvaser immédiatement la solution dans un flacon en matière exempte de silice.

1 ml de cette solution contient 0,500 mg de SiO_2 .

Ne pas conserver cette solution au-delà de 1 mois.

4.9 Silice, solution étalon correspondant à 0,010 g de SiO_2 par litre.

Prélever 20,0 ml de la solution étalon de silice (4.8), les introduire dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution contient 10 µg de SiO_2 .

Préparer cette solution au moment de l'emploi.

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et en particulier matériel en matière exempte de silice (voir la note).

5.1 pH-mètre, muni d'une électrode de mesurage en verre et d'une électrode de référence au calomel étalonnée à pH 1,1 en utilisant une solution d'acide chlorhydrique, $c(\text{HCl}) = 0,1 \text{ mol/l}$.

5.2 Spectrophotomètre, équipé de cuves de 10 ou 20 ou 50 mm d'épaisseur

NOTE — Toutes les opérations concernant les solutions alcalines ainsi que le traitement éventuel avec la solution de fluorure de sodium (4.5) doivent être faites dans du matériel en matière exempte de silice (par exemple polyéthylène). Des fioles jaugées en verre peuvent toutefois être utilisées pour les mises à volume, si le verre est en bon état (non griffé ni dépoli) et si les solutions sont retransvasées de suite dans des flacons en matière exempte de silice.

6 Mode opératoire

6.1 Prise d'essai et préparation de la solution d'essai

La masse de la prise d'essai ainsi que les modalités de préparation de la solution d'essai sont indiquées dans les Normes internationales particulières des produits concernés.

NOTE — Le pH de la solution d'essai doit être compris entre 4 et 7, sauf en présence de sels hydrolysables lorsque l'ajustement du pH est effectué au cours de la détermination.

6.2 Essai à blanc

Effectuer, parallèlement au dosage et en suivant le même mode opératoire, un essai à blanc en employant les mêmes quantités de tous les réactifs (y compris la solution de fluorure de sodium et les parties aliquotes des solutions neutralisantes de la solution d'essai) 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, se rapportant à des mesurages spectrophotométriques effectués en cuves de 10 ou 20 ou 50 mm d'épaisseur

Selon la teneur présumée en silice de la solution d'essai, introduire, dans une série de béchers de 100 ml en matière exempte de silice, les volumes de la solution étalon de silice (4.9) indiqués dans le tableau suivant.

Teneur présumée en silice de la solution d'essai, µg					
2 à 30		10 à 80		50 à 200	
Solution étalon de silice (4.9)	Masse correspondante de SiO ₂	Solution étalon de silice (4.9)	Masse correspondante de SiO ₂	Solution étalon de silice (4.9)	Masse correspondante de SiO ₂
ml	µg	ml	µg	ml	µg
0*	0	0*	0	0*	0
0,20	2	1,0	10	5,0	50
0,50	5	2,0	20	10,0	100
1,00	10	4,0	40	15,0	150
2,00	20	6,0	60	20,0	200
3,00	30	8,0	80		
Épaisseur des cuves, mm					
50		20		10	

* Essai à blanc des réactifs pour l'étalonnage.

Diluer chaque solution à 25 ml environ.

6.3.2 Développement de la coloration

Ajouter, dans chaque bécher, 4,0 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.2) et 1,0 ml de la solution de fluorure de sodium (4.5); agiter et laisser reposer durant 5 min. Ajouter, en agitant, 20,0 ml de la solution d'acide borique (4.3); attendre 5 min, et ajouter 10,0 ml de la solution de molybdate de sodium (4.6). Agiter et attendre 10 min. Le pH de la solution devrait alors être égal à $1,1 \pm 0,2$.

Ajouter, en agitant, 5 ml de la solution d'acide oxalique (4.4); attendre 5 min et transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 100 ml.

Ensuite, suivant la solution réductrice utilisée, ajouter soit

- 20 ml de la solution d'acide sulfurique (4.1); agiter, puis ajouter 2 ml de la solution réductrice à l'acide sulfonique (4.7.1),

soit

- 30 ml de la solution d'acide sulfurique (4.1); agiter, puis ajouter 2 ml de la solution réductrice d'acide L-ascorbique (4.7.2).

Compléter au volume et homogénéiser.

6.3.3 Mesurages spectrophotométriques

Après 10 min mais avant 40 min, effectuer les mesurages spectrophotométriques au moyen du spectrophotomètre (5.2) réglé à une longueur d'onde correspondant au maximum d'absorption

(aux environs de 800 nm) et dans des cuves d'épaisseur appropriée (voir le tableau en 6.3.1), après avoir ajusté l'appareil au zéro d'absorbance par rapport à l'eau.

NOTE — À titre indicatif, l'absorbance de la solution contenant 50 µg de SiO₂, mesurée en cuves de 20 mm d'épaisseur, est égale à 0,34 environ.

6.3.4 Tracé de la courbe

Déduire l'absorbance de la solution de l'essai à blanc des réactifs pour l'étalonnage de celles des autres solutions témoins. Tracer un graphique en portant, par exemple, sur l'axe des abscisses, les masses, en microgrammes, de silice (SiO₂) contenues dans 100 ml de solution témoin et, sur l'axe des ordonnées, les valeurs correspondantes des absorbances corrigées.

6.4 Dosage

6.4.1 Traitement de la solution d'essai

Dans un bécher de 100 ml en matière exempte de silice, introduire un volume de la solution d'essai ne contenant pas plus de 200 µg de silice. Diluer le contenu du bécher à 25 ml environ avec de l'eau.

6.4.2 Développement de la coloration

Ajouter, dans le bécher, 4 ml environ (voir note 1) de la solution d'acide chlorhydrique (4.2) et 1,0 ml de la solution de fluorure de sodium (4.5); agiter et laisser reposer durant 5 min. Ajouter, en agitant, 20,0 ml de la solution d'acide borique (4.3); attendre 5 min, et ajouter 10,0 ml de la solution de molybdate de sodium (4.6). Agiter et attendre 10 min. Le pH de la solution devrait alors être égal à $1,1 \pm 0,2$.

NOTES

1 Pour s'assurer que le pH est égal à $1,1 \pm 0,2$, un essai préliminaire, au moyen du pH-mètre (5.1), devrait être effectué pour déterminer la quantité nécessaire de la solution d'acide chlorhydrique (4.2).

2 L'addition de fluorure de sodium, destinée au dosage quantitatif du silicium présent sous forme de silice polymérisée, peut être omise s'il est certain que la solution d'essai ne contient pas de silicium sous cette forme. Dans ce cas, il est possible de préparer la solution directement dans une fiole jaugée de 100 ml en verre.

Ajouter, en agitant, 5 ml de la solution d'acide oxalique (4.4); attendre 5 min et transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 100 ml. Poursuivre selon les modalités spécifiées en 6.3.2, à partir du 3^e alinéa («Ensuite, suivant la solution réductrice ...»).

6.4.3 Mesurages spectrophotométriques

Effectuer les mesurages spectrophotométriques sur la solution d'essai et sur la solution de l'essai à blanc selon les modalités spécifiées en 6.3.3, après avoir ajusté l'appareil au zéro d'absorbance par rapport à l'eau.

7 Expression des résultats

Au moyen de la courbe d'étalonnage (6.3.4), déterminer les masses, en microgrammes, de silice correspondant aux valeurs des mesures spectrophotométriques de la partie aliquote de la

solution d'essai prélevée pour le développement de la réaction colorée et de celle de la solution de l'essai à blanc.

La Norme internationale relative au produit considéré donnera les formules à appliquer pour les calculs.

NOTE — Si le résultat doit être exprimé en milligrammes de silicium (Si) par kilogramme, multiplier le résultat obtenu par 0,468.

8 Procès-verbal d'essai

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

a) identification de l'échantillon;

b) références de la méthode générale utilisée et de la Norme internationale relative au produit analysé;

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 les Normes internationales particulières répertoriées dans l'annexe B, ou de toutes opérations facultatives.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6382:1981

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bc78d1a8-8d8e-432c-8165-0593af076cac/iso-6382-1981>

Annexe A

Interférences

AVERTISSEMENT — La présente annexe ne prétend pas être exhaustive. Il convient donc de vérifier les éventuelles interférences des ions, éléments ou composés qui n'y sont pas cités.

Ion, élément ou composé gênant	Limite admissible dans la partie aliquote prélevée pour le dosage	Ion, élément ou composé gênant	Limite admissible dans la partie aliquote prélevée pour le dosage
H ⁺	N'interfère pas		
Na ⁺	300 mg	F ⁻	40 mg
K ⁺	250 mg	Cl ⁻	600 mg
Fe ²⁺	140 mg	VO ₃ ⁻	2,5 mg
Zn ²⁺	300 mg	SO ₄ ²⁻	600 mg
UO ₂ ²⁺	250 mg	PO ₄ ³⁻	15 mg
Al ³⁺	70 mg		
Fe ³⁺	140 mg		
As ⁵⁺	0,05 mg		
H ₃ BO ₃	1 600 mg		
Agents de surface anioniques	N'interfèrent pas		
Agents de surface non ioniques	Interfèrent*		

* L'effet des agents de surface non ioniques est annulé par addition d'agents de surface anioniques. C'est ainsi que l'addition de 5 ml d'une solution de laurylsulfate de sodium à 5 g/l permet d'éviter l'interférence de teneurs en agents de surface non ioniques, exprimés en NP10 (nonylphénol éthoxylé-10), allant jusqu'à 0,15 g dans la partie aliquote de la solution d'essai.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bc78d1a8-8d8e-432c-8165-0593af076cac/iso-6382-1981>

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bc78d1a8-8d8e-432c-8165-0593af076cac/iso-6382-1981>

Annexe B

Autres publications de l'ISO/TC 47 relatives au dosage du silicium par photométrie au molybdosilicate réduit

ISO 984 — Hydroxyde de sodium à usage industriel.

ISO 995 — Hydroxyde de potassium à usage industriel.

ISO 1232 — Oxyde d'aluminium principalement utilisé pour la production de l'aluminium.

ISO 1620 — Cryolithe, naturelle et artificielle.

ISO 2369 — Fluorure d'aluminium à usage industriel.

ISO 3361 — Acide phosphorique à usage industriel.

ISO 3430 — Fluorure de sodium principalement utilisé pour la production de l'aluminium.

ISO 3701 — Fluorure d'hydrogène anhydre à usage industriel.

ISO 5438 — Spas fluor pour la fabrication de l'acide fluorhydrique.

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6382:1981

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bc78d1a8-8d8e-432c-8165-0593af076cac/iso-6382-1981>