
Norme internationale



6920

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

Borates de sodium bruts à usage industriel — Dosage du calcium et du magnésium total et du calcium et du magnésium solubles en milieu alcalin — Méthode titrimétrique

iTeh STANDARD PREVIEW

Crude sodium borates for industrial use — Determination of total and alkali-soluble calcium and magnesium contents — Titrimetric method

(standards.iteh.ai)

Première édition — 1984-11-01

[ISO 6920:1984](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/13c66daf-58e4-4ac6-9e0e-324301310418/iso-6920-1984>

CDU 661.652 : 543.24 : 546.41 : 546.46

Réf. n° : ISO 6920-1984 (F)

Descripteurs : produit industriel, borate de sodium, analyse chimique, dosage, calcium, magnésium, méthode volumétrique.

Prix basé sur 6 pages

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 créé à cet effet. 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. Les Normes internationales sont approuvées conformément aux procédures de l'ISO qui requièrent l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 6920 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 47, *Chimie*.

[ISO 6920:1984](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/13c66daf-58e4-4ac6-9e0e-324301310418/iso-6920-1984)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/13c66daf-58e4-4ac6-9e0e-324301310418/iso-6920-1984>

Borates de sodium bruts à usage industriel — Dosage du calcium et du magnésium total et du calcium et du magnésium solubles en milieu alcalin — Méthode titrimétrique

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode titrimétrique pour le dosage du calcium et du magnésium total et du calcium et du magnésium solubles en milieu alcalin dans les borates de sodium bruts à usage industriel. Des modes opératoires modifiés sont décrits pour les cas particuliers de dosage du calcium total afin d'éliminer les interférences dues à la silice, au fer ou à l'aluminium.

La méthode est applicable aux produits ayant une teneur en calcium, exprimé en calcium, non inférieure à 0,01 % (m/m) et non supérieure à 1,0 % (m/m), et une teneur en magnésium, exprimé en magnésium, non inférieure à 0,01 % (m/m) et non supérieure à 0,2 % (m/m).

2 Références

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

ISO 4793, *Filtres frittés de laboratoire — Échelle de porosité — Classification et désignation.*

3 Principe

Préparation des solutions d'essai

- par fusion d'une prise d'essai avec du carbonate de sodium dans le cas du dosage du calcium et du magnésium total, et
- à partir d'une partie aliquote de la solution A (voir ISO 2217) pour le dosage du calcium et du magnésium solubles en milieu alcalin.

Détermination de la teneur en calcium par titrage d'une partie aliquote de la solution d'essai avec une solution de sel disodique de l'acide éthylèneglycol bis(amino-2 éthyléther)-*N, N, N', N'*-tétraacétique (EGTA), en présence de sel monosodique de l'acide [α -(hydroxy-2 sulfo-5 phénylazo)benzylidène]hydrazino-2 benzoïque (Zincon) comme indicateur.

Détermination de la teneur en calcium et magnésium combinés par titrage d'une autre partie aliquote de la solution d'essai avec une solution de sel disodique de l'acide (éthylène dinitrilo)tétraacétique (EDTA), en présence de mélange de mordant noir 11/chlorure de potassium comme indicateur, après addition d'une solution de triéthanolamine et d'une solution tampon.

Calcul de la teneur en magnésium par différence.

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 Carbonate de sodium, anhydre.

4.2 Acide chlorhydrique, ρ 1,19 g/ml environ, solution à 37 % (m/m) environ, dilué 1 → 2 avec de l'eau.

4.3 Triéthanolamine, solution à 300 g/l.

4.4 Hydroxyde de sodium, solution à 400 g/l environ.

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

4.6 Chlorure de magnésium hexahydraté ($\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$), solution à 20 g/l environ.

4.7 Solution tampon, pH 10.

Dissoudre 67,5 g de chlorure d'ammonium dans 250 ml d'eau, ajouter 570 ml de solution d'hydroxyde d'ammonium (ρ 0,88 g/ml environ) et compléter à 1 litre avec de l'eau.

4.8 Chlorure de zinc, solution étalon de référence correspondant à 1 g d'oxyde de zinc par litre.

Calciner de l'oxyde de zinc dans un creuset en porcelaine durant 2 h dans un four à moufle réglé à 550 ± 25 °C et puis le laisser refroidir dans un dessiccateur. Peser, à 0,001 g près, 1,0 g de l'oxyde de zinc calciné et le dissoudre dans un mélange formé de 30 ml d'eau et de 40 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.2). Transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

4.9 EDTA, solution titrée, $c(\text{EDTA}) = 0,01$ mol/l.

4.9.1 Préparation de la solution

Dissoudre 3,725 g de sel disodique de l'acide (éthylène dinitrilo)tétraacétique (EDTA) dans un peu d'eau. Transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser.

1,00 ml de solution, $c(\text{EDTA}) = 0,010$ mol/l, correspond à 0,403 mg de MgO ou à 0,243 mg de Mg.

4.9.2 Étalonnage de la solution

Transférer 25 ml de la solution étalon de référence de chlorure de zinc (4.8) dans une fiole conique de 250 ml et procéder suivant les modalités spécifiées en 6.3.2.1.2, à partir de «Ajouter 10 ml de la solution de triéthanolamine (4.3), ...».

4.9.3 Facteur d'étalonnage

Le facteur d'étalonnage, T_1 , de la solution d'EDTA est donné par la formule

$$T_1 = \frac{30,72 m_1}{V_A}$$

où

m_1 est la masse, en grammes, d'oxyde de zinc calciné utilisé pour la préparation de la solution étalon de référence de chlorure de zinc (4.8) ;

V_A est le volume, en millilitres, de la solution d'EDTA, utilisé pour l'étalonnage (4.9.2).

4.10 Chlorure de calcium, solution étalon de référence correspondant à 1 g de carbonate de calcium par litre.

Sécher du carbonate de calcium précipité (CaCO_3) durant 1 h dans une étuve réglée à 105 ± 2 °C et puis le laisser refroidir dans un dessiccateur. Peser, à 0,001 g près, 1,0 g du carbonate de calcium séché et le placer dans un bécher de 600 ml. Ajouter un mélange formé de 95 ml d'eau et de 5 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.2), et porter et maintenir à l'ébullition durant 5 min environ afin d'éliminer le dioxyde de carbone. Refroidir la solution à 20 °C environ, la transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

4.11 EGTA, solution titrée, $c(\text{EGTA}) = 0,01$ mol/l.

4.11.1 Préparation de la solution

Dissoudre 3,90 g d'acide éthylèneglycol bis(amino-2 éthyl-éther)-*N, N, N', N'*-tétraacétique (EGTA) dans 20 ml d'une solution d'hydroxyde de sodium à 40 g/l. Transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser.

1,00 ml de solution, $c(\text{EGTA}) = 0,010$ mol/l, correspond à 0,560 8 mg de CaO ou à 0,400 8 mg de Ca.

4.11.2 Étalonnage de la solution

Transférer 25 ml de la solution étalon de référence de chlorure de calcium (4.10) dans un bécher de 250 ml et procéder suivant les modalités spécifiées dans le premier alinéa de 6.3.2.1.1, à partir de «insérer les électrodes du pH-mètre (5.2) ...».

4.11.3 Facteur d'étalonnage

Le facteur d'étalonnage, T_2 , de la solution d'EGTA est donné par la formule

$$T_2 = \frac{24,98 m_2}{V_B}$$

où

m_2 est la masse, en grammes, de carbonate de calcium séché utilisé pour la préparation de la solution étalon de référence de chlorure de calcium (4.10) ;

V_B est le volume, en millilitres, de la solution d'EGTA, utilisé pour l'étalonnage (4.11.2).

4.12 EGTA-complexe de zinc, solution.

Dissoudre 0,288 g de sulfate de zinc heptahydraté ($\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) dans 50 ml d'eau. Transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 200 ml, et ajouter, à l'aide d'une pipette, 100 ml de la solution d'EGTA (4.11), compléter au volume et homogénéiser.

4.13 Mordant noir 11, indicateur, à 0,4 % (*m/m*) en mélange avec du chlorure de potassium.

Triturer 0,1 g de mordant noir 11 avec 25 g de chlorure de potassium jusqu'à l'obtention d'une fine poudre homogène.

NOTE — L'emploi de mordant noir 11, mélangé avec des complexons colorés est permis. Par exemple, triturer 0,08 g de vert de naphthol B, 0,05 g de crésolphthaléine et 0,008 g de mordant noir 11 avec 20 g de chlorure d'ammonium.

4.14 Zincon, solution à 0,5 g/l.

Dissoudre 10 mg d'acide [α -(hydroxy-2 sulfo-5 phénylazo)benzylidène]hydrazino-2 benzoïque (Zincon) dans 20 ml d'eau et ajouter 1 goutte d'une solution d'hydroxyde de sodium à 40 g/l environ.

Préparer cette solution juste avant l'emploi.

4.15 Éthanol, solution à 95 % (*V/V*).

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Creuset en platine, avec couvercle.

5.2 pH-mètre, équipé d'une électrode en verre et d'une électrode au calomel saturé.

6 Mode opératoire

6.1 Prise d'essai

6.1.1 Dosage du calcium et du magnésium total

Dans le creuset en platine (5.1), peser, à 0,001 g près, $4 \pm 0,1$ g de l'échantillon pour essai finement broyé et homogénéisé.

6.1.2 Dosage du calcium et du magnésium solubles en milieu alcalin

Dans un bécher de 500 ml, peser, à 0,01 g près, $10 \pm 0,1$ g de l'échantillon pour essai finement broyé et homogénéisé (voir ISO 2217).

6.2 Essai à blanc

6.2.1 Dosage du calcium et du magnésium total

6.2.1.1 Dosage du calcium total

Dissoudre $2 \pm 0,02$ g du carbonate de sodium (4.1) dans 50 ml d'eau et ajouter 0,25 ml de la solution de chlorure de magnésium (4.6) (équivalent à 1 mg de MgO). Ajouter une quantité de la solution d'acide chlorhydrique (4.2) suffisante pour rendre la solution juste acide et puis en ajouter 2 ml en excès. Faire bouillir doucement pour éliminer le dioxyde de carbone, laisser refroidir à la température ambiante et poursuivre suivant les modalités spécifiées en 6.3.2.1.1, à partir de «insérer les électrodes du pH-mètre (5.2) ...».

6.2.1.2 Dosage du calcium et du magnésium total combiné

Dissoudre $2 \pm 0,02$ g du carbonate de sodium (4.1) dans 50 ml d'eau. Ajouter une quantité de la solution d'acide chlorhydrique (4.2) suffisante pour rendre la solution juste acide et puis en ajouter 2 ml en excès. Faire bouillir doucement pour éliminer le dioxyde de carbone, laisser refroidir à la température ambiante et poursuivre suivant les modalités spécifiées en 6.3.2.1.2, à partir de «Ajouter 10 ml de la solution de triéthanolamine (4.3), ...».

6.2.2 Dosage du calcium et du magnésium solubles en milieu alcalin

Introduire une partie aliquote de 50,0 ml de la solution B (voir ISO 2217) dans chacune de deux fioles coniques de 250 ml. Traiter l'une des parties aliquotes suivant les modalités spécifiées en 6.3.2.2.1 (dosage du calcium soluble en milieu alcalin) et l'autre suivant les modalités spécifiées en 6.3.2.2.2 (dosage du calcium et du magnésium combinés solubles en milieu alcalin).

6.3 Dosage

6.3.1 Préparation de la solution d'essai

6.3.1.1 Dosage du calcium et du magnésium total

Ajouter $8 \pm 0,1$ g du carbonate de sodium (4.1) dans le creuset en platine (5.1) contenant la prise d'essai (6.1.1), mélanger soigneusement et couvrir le creuset avec son couvercle.

Si la prise d'essai est anhydre, chauffer le creuset sur un bec Bunsen jusqu'à l'obtention d'une masse fondue claire. Si, toutefois, la prise d'essai est hydratée, régler la flamme du bec Bunsen de manière qu'elle ait 50 mm environ de hauteur et alors fixer le bec Bunsen dans une position presque horizontale avec la flamme formant un angle dirigé légèrement vers le bas. Placer le creuset (5.1) de manière que la flamme lèche le couvercle et chauffer de cette manière durant 30 min environ.

Ensuite, en utilisant le bec Bunsen de la manière normale, chauffer le creuset soigneusement par le dessous jusqu'à l'obtention d'une masse fondue claire.

Poursuivre le chauffage durant 1 h en maintenant la température juste au-dessus de la température de fusion de la masse fondue. Laisser refroidir, placer le creuset sur le côté dans un bécher de 250 ml et ajouter 100 ml d'eau chaude. Lorsque la masse fondue est dissoute, ajouter une quantité de la solution d'acide chlorhydrique (4.2) suffisante pour rendre la solution juste acide et puis ajouter 2 ml supplémentaires du même acide. Faire bouillir doucement pour éliminer le dioxyde de carbone, laisser refroidir à la température ambiante et transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 200 ml. Compléter au volume et homogénéiser.

6.3.1.2 Dosage du calcium et du magnésium solubles en milieu alcalin

En utilisant la prise d'essai (6.1.2), préparer la solution d'essai suivant les modalités spécifiées dans l'ISO 2217 (solution A).

6.3.2 Titrage

6.3.2.1 Dosage du calcium et du magnésium total

6.3.2.1.1 Dosage du calcium total

Introduire 50,0 ml de la solution d'essai (6.3.1.1) dans un bécher de 250 ml, insérer les électrodes du pH-mètre (5.2) et ajouter soigneusement la solution d'hydroxyde de sodium (4.4) jusqu'à pH 9 environ. Ensuite, ajouter la solution d'hydroxyde de sodium (4.5) jusqu'à ce que le pH atteigne 9,5. Ajouter 2 ml de la solution de Zincon (4.14) et 1 ml de la solution d'EGTA-complexe de zinc (4.12). Agiter durant 1 min et mélanger ultérieurement par rotation, titrer avec la solution titrée d'EGTA (4.11) jusqu'à changement précis de la couleur bleue à la couleur rouge-orangé. Le point de virage peut être observé visuellement ou à l'aide d'un spectromètre réglé à une longueur d'onde aux environs de 480 nm.

Si l'échantillon est connu comme contenant des quantités appréciables de silice, de fer ou d'aluminium, effectuer, comme il convient, les opérations modificatives spécifiées dans le chapitre 8.

6.3.2.1.2 Dosage du calcium et du magnésium total combiné

Introduire 50,0 ml de la solution d'essai (6.3.1.1) dans une fiole conique de 250 ml. Ajouter 10 ml de la solution de triéthanolamine (4.3), 10 ml de la solution tampon (4.7) et 0,1 g du mélange indicateur (4.13). Titrer avec la solution titrée d'EDTA (4.9) jusqu'à virage immédiat au bleu.

6.3.2.2 Dosage du calcium et du magnésium solubles en milieu alcalin

6.3.2.2.1 Dosage du calcium soluble en milieu alcalin

Introduire 50,0 ml de la solution d'essai (6.3.1.2) dans une fiole conique de 250 ml. Ajouter 2 ml de la solution de triéthanolamine (4.3), 3 ml de la solution d'hydroxyde de sodium (4.4), 15 ml de l'éthanol (4.15), 2 ml de la solution de Zincon (4.14) et

1 ml de la solution d'EGTA-complexe de zinc (4.12). Agiter durant 1 min et mélanger ultérieurement par rotation, titrer avec la solution titrée d'EGTA (4.11) jusqu'à changement précis de la couleur bleue à la couleur rouge-orangé. Le point de virage peut être observé visuellement ou à l'aide d'un spectromètre réglé à une longueur d'onde aux environs de 480 nm.

6.3.2.2.2 Dosage du calcium et du magnésium combinés solubles en milieu alcalin

Introduire 50,0 ml de la solution d'essai (6.3.1.2) dans une fiole conique de 250 ml. Ajouter 10 ml de la solution de triéthanolamine (4.3), 10 ml de la solution tampon (4.7) et 0,1 g du mélange indicateur (4.13). Titrer avec la solution titrée d'EDTA (4.9) jusqu'à virage immédiat au bleu.

7 Expression des résultats

Les teneurs en calcium et magnésium total et solubles en milieu alcalin, exprimées en pourcentage en masse, sont données par les formules suivantes.

7.1 Teneur en calcium et magnésium total

7.1.1 Teneur en calcium total

a) Exprimée en CaO

$$0,560\ 8 \times \frac{T_2(V_1 - V_2) \times 200 \times 100}{m \times 1\ 000 \times 50}$$

$$= \frac{0,224\ 3 \times T_2(V_1 - V_2)}{m}$$

b) Exprimée en Ca

$$0,400\ 8 \times \frac{T_2(V_1 - V_2) \times 200 \times 100}{m \times 1\ 000 \times 50}$$

$$= \frac{0,160\ 3 \times T_2(V_1 - V_2)}{m}$$

où

T_2 est le facteur d'étalonnage de la solution d'EGTA, calculé suivant 4.11.3;

V_1 est le volume, en millilitres, de la solution titrée d'EGTA (4.11), utilisé pour la détermination de la teneur en calcium total (6.3.2.1.1);

V_2 est le volume, en millilitres, de la solution titrée d'EGTA (4.11), utilisé pour l'essai à blanc de la détermination de la teneur en calcium total (6.2.1.1);

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai (6.1.1).

7.1.2 Teneur en magnésium total

a) Exprimée en MgO

$$0,403\ 2 \times \frac{T_1(V_3 - V_4 - V_5) \times 200 \times 100}{m \times 1\ 000 \times 50}$$

$$= \frac{0,161\ 3 \times T_1(V_3 - V_4 - V_5)}{m}$$

b) Exprimée en Mg

$$0,243\ 2 \times \frac{T_1(V_3 - V_4 - V_5) \times 200 \times 100}{m \times 1\ 000 \times 50}$$

$$= \frac{0,097\ 3 \times T_1(V_3 - V_4 - V_5)}{m}$$

où

V_3 est le volume, en millilitres, de la solution titrée d'EDTA (4.9), utilisé pour la détermination de la teneur en calcium et magnésium total combiné (6.3.2.1.2);

V_4 est le volume, en millilitres, de la solution titrée d'EDTA (4.9), utilisé pour l'essai à blanc de la détermination de la teneur en calcium et magnésium total combiné (6.2.1.2);

V_5 est le volume calculé, en millilitres, de la solution titrée d'EDTA (4.9) qui devrait être nécessaire pour réagir avec le calcium présent dans la prise d'essai (6.1.1) utilisée pour la détermination de la teneur en calcium et magnésium total combiné (si les concentrations des solutions titrées d'EDTA et d'EGTA sont numériquement égales, $V_5 = V_1 - V_2$);

T_1 est le facteur d'étalonnage de la solution d'EDTA, calculé suivant 4.9.3;

m a la même signification qu'en 7.1.1.

7.2 Teneur en calcium et magnésium solubles en milieu alcalin

7.2.1 Teneur en calcium soluble en milieu alcalin

a) Exprimée en CaO

$$0,560\ 8 \times \frac{T_2(V_1 - V_2) \times 500 \times 100}{m \times 1\ 000 \times 50}$$

$$= \frac{0,560\ 8 \times T_2(V_1 - V_2)}{m}$$

b) Exprimée en Ca

$$0,400\ 8 \times \frac{T_2(V_1 - V_2) \times 500 \times 100}{m \times 1\ 000 \times 50}$$

$$= \frac{0,400\ 8 \times T_2(V_1 - V_2)}{m}$$

où

T_2 est le facteur d'étalonnage de la solution d'EGTA, calculé suivant 4.11.3;

V_1 est le volume, en millilitres, de la solution titrée d'EGTA (4.11), utilisé pour la détermination de la teneur en calcium soluble en milieu alcalin (6.3.2.2.1);

V_2 est le volume, en millilitres, de la solution titrée d'EGTA (4.11), utilisé pour l'essai à blanc de la détermination de la teneur en calcium soluble en milieu alcalin (6.2.2);

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai (6.1.2).

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6920:1984

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/13c66daf-58e4-4ac6-9e0e-324301310418/iso-6920-1984>

7.2.2 Teneur en magnésium soluble en milieu alcalin

a) Exprimée en MgO

$$0,4032 \times \frac{T_1(V_3 - V_4 - V_5) \times 500 \times 100}{m \times 1000 \times 50}$$

$$= \frac{0,4032 \times T_1(V_3 - V_4 - V_5)}{m}$$

b) Exprimée en Mg

$$0,2432 \times \frac{T_1(V_3 - V_4 - V_5) \times 500 \times 100}{m \times 1000 \times 50}$$

$$= \frac{0,2432 \times T_1(V_3 - V_4 - V_5)}{m}$$

où

V_3 est le volume, en millilitres, de la solution titrée d'EDTA (4.9), utilisé pour la détermination de la teneur en calcium et magnésium combinés solubles en milieu alcalin (6.3.2.2.2);

V_4 est le volume, en millilitres, de la solution titrée d'EDTA (4.9), utilisé pour l'essai à blanc de la détermination de la teneur en calcium et magnésium combinés solubles en milieu alcalin (6.2.2);

V_5 est le volume calculé, en millilitres, de la solution titrée d'EDTA (4.9) qui devrait être nécessaire pour réagir avec le calcium présent dans la prise d'essai (6.1.2) utilisée pour la détermination de la teneur en calcium et magnésium combinés solubles en milieu alcalin (si les concentrations des solutions titrées d'EDTA et d'EGTA sont numériquement égales, $V_5 = V_1 - V_2$);

T_1 est le facteur d'étalonnage de la solution d'EDTA, calculé suivant 4.9.3;

m a la même signification qu'en 7.2.1.

8 Cas particuliers

8.1 Généralités

Le présent chapitre spécifie les modalités modifiées pour le dosage du calcium total si des interférences dues à la silice, au fer et à l'aluminium sont connues ou supposées présentes.

8.2 Réactifs

Utiliser les réactifs spécifiés dans le chapitre 4, et

8.2.1 Chlorure de fer(III) hexahydraté ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$), solution à 10 g/l environ.

1 ml de cette solution contient 2 mg environ de Fe.

8.2.2 Rouge Congo, papier indicateur.

8.3 Appareillage

8.3.1 Creusets en verre fritté, série de porosité P 16, dimension des pores comprise entre 10 et 16 μm (voir ISO 4793).

8.4 Mode opératoire modifié

8.4.1 En présence de silice

Introduire 50,0 ml de la solution d'essai (6.3.1.1) dans une capsule appropriée, ajouter 2 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.2) et évaporer soigneusement jusqu'à ce que les fumées blanches d'acide chlorhydrique soient dégagées. Refroidir et amener le volume à 40 ml environ avec de l'eau. Filtrer tout résidu insoluble, en recueillant le filtrat dans un bécher de 250 ml. Laver le papier filtre et le résidu avec une petite quantité de la solution d'acide chlorhydrique (4.2), qui a été diluée par la suite 1 \rightarrow 2 avec de l'eau, en recueillant les liquides de lavage, avec le filtrat, dans le bécher de 250 ml. En utilisant le mélange du filtrat et des liquides de lavage, effectuer les opérations spécifiées en 6.3.2.1.1.

8.4.2 En présence de fer

Suivre les modalités spécifiées en 6.3.2.1.1 jusqu'à ce que le pH ait été ajusté à 9,5. Éliminer tout résidu par filtration de la solution d'essai au travers d'un des creusets en verre fritté (8.3.1), laver le résidu avec un peu d'eau et transvaser quantitativement le filtrat ainsi que les liquides de lavage dans le bécher de 250 ml. Effectuer la suite des opérations spécifiées en 6.3.2.1.1.

8.4.3 En présence d'aluminium

Introduire 50,0 ml de la solution d'essai (6.3.1.1) dans un bécher de 250 ml et ajouter soigneusement la solution d'hydroxyde de sodium (4.4) jusqu'à ce que la solution soit juste neutre au papier indicateur au rouge Congo (8.2.2). Ajouter 1 goutte supplémentaire de la solution d'hydroxyde de sodium (4.4) et 2 ml de la solution de chlorure de fer(III) (8.2.1). Chauffer la solution, en la laissant bouillir doucement durant 2 min environ, et éliminer tout résidu par filtration de la solution au travers d'un des creusets en verre fritté (8.3.1). Ne pas laver le résidu sur le creuset en verre fritté. Transvaser quantitativement le filtrat dans un bécher de 250 ml et effectuer les opérations spécifiées en 6.3.2.1.1.

9 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 dans l'ISO 2217 à laquelle il est fait référence, 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 à la furil α -dioxime.
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/13c66daf-58e4-4ac6-9e0e->
- 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 6920:1984](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/13c66daf-58e4-4ac6-9e0e-)
- ISO 5935 — Dosage de la silice total 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.