
**Aciers — Dosage du bore — Méthode
spectrophotométrique à la curcumine après
distillation**

*Steel — Determination of boron content — Curcumin spectrophotometric
method after distillation*

iTeh Standards
(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview

[ISO 13900:1997](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/91582870-c0f6-46ec-a800-fb7af2c4d981/iso-13900-1997>



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 en général 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. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 13900 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 17, *Acier*, sous-comité SC 1, *Méthodes de détermination de la composition chimique*.

Les annexes A à C de la présente Norme internationale sont données uniquement à titre d'information.

iTeh Standards (<https://standards.iteh.ai>) Document Preview

[ISO 13900:1997](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/91582870-c0f6-46ec-a800-fb7af2c4d981/iso-13900-1997)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/91582870-c0f6-46ec-a800-fb7af2c4d981/iso-13900-1997>

© ISO 1997

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

Organisation internationale de normalisation
Case postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse
Internet central@iso.ch
X.400 c=ch; a=400net; p=iso; o=isocs; s=central

Imprimé en Suisse

Aciers — Dosage du bore — Méthode spectrophotométrique à la curcumine après distillation

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode spectrophotométrique à la curcumine après distillation pour le dosage du bore dans les aciers.

La méthode est applicable aux teneurs en bore comprises entre 0,000 05 % (*m/m*) et 0,001 0 % (*m/m*).

2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/91582870-c0f6-46ec-a800-fb7a2c4d981/iso-13900-1997>

ISO 385-1:1984, *Verrerie de laboratoire — Burettes — Partie 1: Spécifications générales.*

ISO 648:1977, *Verrerie de laboratoire — Pipettes à un trait.*

ISO 1042:—¹⁾, *Verrerie de laboratoire — Fioles jaugées à un trait.*

ISO 3696:1987, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécifications et méthodes d'essai.*

ISO 5725-1:1994, *Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure — Partie 1: Principes généraux et définitions.*

ISO 5725-2:1994, *Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure — Partie 2: Méthode de base pour la détermination de la répétabilité et de la reproductibilité d'une méthode de mesure normalisée.*

ISO 5725-3:1994, *Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure — Partie 3: Mesures intermédiaires de la fidélité d'une méthode de mesure normalisée.*

¹⁾ À publier. (Révision de l'ISO 1042:1983)

ISO 14284:1996, *Fontes et aciers — Prélèvement et préparation des échantillons pour la détermination de la composition chimique.*

3 Principe

Mise en solution de la prise d'essai par les acides chlorhydrique et nitrique.

Décomposition des composés borés (nitrures, etc.) par les acides orthophosphorique et sulfurique à une température de 290 °C.

Distillation de la solution après l'addition de méthanol et récupération du borate de méthyle dans un récipient contenant une solution d'hydroxyde de sodium.

Évaporation de la solution à siccité. Formation d'un complexe coloré entre l'acide orthoborique et la curcumine en milieu méthanol.

Mesurage spectrophotométrique à une longueur d'onde d'environ 550 nm.

4 Réactifs

Au cours de l'analyse et sauf indication contraire, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau qualité 2 conformément à l'ISO 3696.

4.1 **Fer pur**, exempt de bore ou avec une quantité connue de bore résiduel.

4.2 **Acide chlorhydrique**, ρ environ 1,19 g/ml.

4.3 **Acide nitrique**, ρ environ 1,40 g/ml.

4.4 **Acide sulfurique**, ρ environ 1,84 g/ml.

4.5 **Acide orthophosphorique**, ρ environ 1,71 g/ml, dont la teneur en bore est inférieure à 0,02 $\mu\text{g/ml}$.

4.6 **Acide acétique**, exempt d'aldéhyde, ρ environ 1,05 g/ml.

Pour vérifier l'absence d'aldéhyde, placer 20 ml d'acide acétique (ρ environ 1,05 g/ml) et 1 ml d'une solution de permanganate de potassium (à 1 g/l) dans un bécher de 50 ml. En l'absence d'aldéhyde, la coloration initiale violette du permanganate de potassium persiste; dans le cas contraire, la solution prend une coloration brune facilement identifiable après 15 min.

4.7 **Mélange d'acides A**

Ajouter un volume d'acide chlorhydrique (4.2) à deux volumes d'acide acétique (4.6).

4.8 **Mélange d'acide B**

Ajouter par petites portions, en refroidissant sous courant d'eau et en agitant, un volume d'acide sulfurique (4.4) à un volume égal d'acide acétique (4.6).

4.9 **Hydroxyde de sodium**, solution à 8 g/l.

4.10 **Méthanol**, solution de concentration minimale 99,6 % (V/V).

4.11 **Bore**, solution étalon.

4.11.1 Solution mère, correspondant à 0,10 g de bore par litre.

Peser, à 0,000 1 g près, 0,286 0 g d'acide orthoborique (H_3BO_3). Placer dans un bécher de 250 ml et dissoudre dans environ 200 ml d'eau. Transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 500 ml. Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser. Conserver dans un flacon en polypropylène.

1 ml de cette solution mère contient 0,10 mg de bore.

4.11.2 Solution étalon, correspondant à 0,001 g de bore par litre.

Transvaser 1,0 ml de la solution mère (4.11.1) dans une fiole jaugée de 100 ml. Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser. Conserver dans un flacon en polypropylène (5.2).

Préparer cette solution étalon juste avant emploi.

1 ml de cette solution étalon contient 1 μ g de bore.

4.12 Curcumine, solution à 1,25 g/l dans l'acide acétique.

Peser, dans un récipient en polypropylène ou en quartz, 0,125 g de curcumine, $[CH_3O(OH)C_6H_3CH=CHCO]_2CH_2$. Ajouter 60 ml d'acide acétique (4.6) et homogénéiser. Chauffer au bain-marie à 40 °C et agiter à l'aide d'un agitateur magnétique. Après mise en solution, refroidir et transvaser dans une fiole jaugée en polypropylène de 100 ml. Compléter au volume avec de l'acide acétique et homogénéiser.

4.13 Gaz vecteur, azote, argon ou air sec.

5 Appareillage

La verrerie, contenant du bore, doit être prohibée et doit être remplacée par du matériel en polypropylène ou en quartz, rincé à l'acide acétique (4.6) puis à l'eau et enfin séché. Toute la verrerie jaugée doit être de classe A conformément à l'ISO 385-1, l'ISO 648 ou l'ISO 1042 selon le cas.

Matériel courant de laboratoire et, en particulier, ce qui suit.

5.1 Fioles jaugées, de 100 ml de capacité.**5.2 Flacons en polypropylène**, de 100 ml et 500 ml de capacité.**5.3 Appareillage de distillation** (voir l'annexe A), composé du matériel suivant:

- ballon de distillation, de 200 ml, en quartz;
- réservoir, en quartz;
- réfrigérant à reflux, en quartz;
- récipient: bécher en quartz de 100 ml, marqué d'un trait repère à un volume de 35 ml;
- agitateur magnétique à barreau aimanté revêtu de polytétrafluoroéthylène (PTFE).

Une forme appropriée d'appareillage est représentée en annexe A.

5.4 Coupelle en platine ou **bécher en PTFE**, de 100 ml de capacité**5.5 Appareil de chauffage**, pour faire évaporer le méthanol.

6 Échantillonnage

Effectuer l'échantillonnage conformément à l'ISO 14284 ou aux normes nationales appropriées pour les aciers.

7 Mode opératoire

7.1 Prise d'essai

Peser, à 0,000 1 g près, environ 0,50 g d'échantillon pour essai.

7.2 Essai à blanc et dosage du bore dans le fer pur (4.1)

7.2.1 Dosage du bore dans le fer pur (4.1)

Préparer deux ballons de distillation [5.3 a)]. Ajouter 0,250 g de fer pur (4.1) dans l'un et 0,500 g dans l'autre.

Traiter les deux ballons comme prescrit en 7.3.1, 7.3.2, 7.3.3 et 7.3.4.

Convertir les valeurs d'absorbance obtenues en masse correspondante, en microgrammes de bore, à l'aide de la courbe d'étalonnage (7.4).

La masse de bore (m_3), exprimée en microgrammes, dans 0,500 g de fer pur (4.1) est donnée par:

$$m_3 = 2 \times (m_6 - m_5)$$

où

m_6 est la masse, exprimée en microgrammes, de bore dans la prise d'essai de 0,500 g;

m_5 est la masse, exprimée en microgrammes, de bore dans la prise d'essai de 0,250 g.

7.2.2 Essai à blanc et valeur à blanc

Parallèlement au dosage et en suivant le même mode opératoire, effectuer un essai à blanc avec 0,500 g de fer pur (4.1) et les mêmes quantités de tous les réactifs.

Déterminer l'absorbance de l'essai à blanc et la convertir en masse correspondante, en microgrammes de bore, à l'aide de la courbe d'étalonnage (7.4).

Soustraire la masse de bore (m_3) dans le fer pur utilisé (4.1) de la masse de bore calculée de l'essai à blanc (m_4) pour obtenir la valeur à blanc (m_1):

$$\text{Valeur à blanc: } m_1 = m_4 - m_3$$

7.3 Dosage

7.3.1 Préparation de la solution d'essai

Placer la prise d'essai (7.1) dans un ballon de distillation [5.3 a)]. Ajouter 10 ml d'acide chlorhydrique (4.2) et 5 ml d'acide nitrique (4.3). Maintenir la solution à température ambiante (voir la note 1).

NOTE 1 Ce maintien à température ambiante est le plus important afin d'éviter des pertes de bore possibles à température plus élevée.

Attendre jusqu'à mise en solution complète ou jusqu'à fin d'effervescence pour les échantillons difficiles à mettre en solution. Ajouter ensuite, avec précaution, 10 ml d'acide orthophosphorique (4.5) et 5 ml d'acide sulfurique (4.4).