
**Dosage de l'oxyde de bore(III) dans les
produits réfractaires —**

Partie 1:

**Détermination de l'oxyde de bore(III) total
dans les matériaux oxydants pour les
céramiques, les verres et les émaux**

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

Determination of boron(III) oxide in refractory products —

*Part 1: Determination of total boron(III) oxide in oxidic materials for
ceramics, glass and glazes*

ISO 21078-1:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c800764a-5aea-49ea-936a-b4f0d0f00683/iso-21078-1-2008>



PDF – Exonération de responsabilité

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 21078-1:2008](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c800764a-5aea-49ea-936a-b4f0d0f00683/iso-21078-1-2008)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c800764a-5aea-49ea-936a-b4f0d0f00683/iso-21078-1-2008>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2008

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'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax. + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	2
4 Préparation de l'échantillon pour essai	2
5 Nombre de déterminations	3
6 Détermination de l'oxyde de bore(III) par titrimétrie alcaline	3
7 Détermination de l'oxyde de bore(III) par spectrophotométrie d'absorption d'azométhine H	5
8 Détermination de l'oxyde de bore(III) par spectrophotométrie d'absorption de curcumine	9
9 Détermination de l'oxyde de bore(III) par spectrométrie d'émission atomique avec plasma induit par haute fréquence (ICP-AES)	13
10 Expression des résultats d'essai	16
11 Rapport d'essai	16
Annexe A (informative) Résultats d'essais interlaboratoires	17

ISO 21078-1:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c800764a-5aea-49ea-936a-b4f0d0f00683/iso-21078-1-2008>

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 Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. 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.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

L'ISO 21078-1 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 33, *Matériaux réfractaires*, en collaboration avec le comité technique CEN/TC 187, *Produits et matériaux réfractaires*.

L'ISO 21078 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Dosage de l'oxyde de bore(III) dans les produits réfractaires*:

- *Partie 1: Détermination de l'oxyde de bore(III) total dans les matériaux oxydants pour les céramiques, les verres et les émaux*
- *Partie 2: Méthode d'extraction acide pour le dosage de l'oxyde de bore(III) dans les composants de liant*

Dosage de l'oxyde de bore(III) dans les produits réfractaires —

Partie 1:

Détermination de l'oxyde de bore(III) total dans les matériaux oxydants pour les céramiques, les verres et les émaux

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 21078 spécifie des méthodes de détermination de l'oxyde de bore(III) dans des produits réfractaires et des matières premières, à des concentrations supérieures ou égales à 0,01 %. Elle s'applique au dosage de l'oxyde de bore(III) total dans les matériaux oxydants pour les céramiques, les verres et les émaux.

La détermination de l'oxyde de bore(III) s'effectue à l'aide de l'une des quatre méthodes suivantes:

- la titrimétrie alcaline, qui s'applique aux échantillons contenant plus de 0,5 % en masse d'oxyde de bore(III);
- la spectrophotométrie d'absorption à l'azométhine H, qui s'applique à des échantillons contenant de 0,01 % à 2,5 % en masse d'oxyde de bore(III);
- la spectrophotométrie d'absorption à la curcumine (méthode à la rothocyanine), qui s'applique à des échantillons contenant de 0,01 % à 1,0 % en masse d'oxyde de bore(III);
- la spectrométrie d'émission atomique à plasma inductif (ICP-AES), qui s'applique à des échantillons contenant de 0,01 % à 15 % en masse d'oxyde de bore(III).

NOTE 1 La méthode peut s'étendre à 30 % d'oxyde de bore(III) en utilisant des flux d'oxyde modifiés.

NOTE 2 Les résultats d'essais interlaboratoires concernant la présente partie de l'ISO 21078 sont donnés en Annexe A.

2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 31-0, *Grandeurs et unités — Partie 0: Principes généraux*

ISO 836, *Terminologie des matériaux réfractaires*

ISO 3310-1, *Tamis de contrôle — Exigences techniques et vérifications — Partie 1: Tamis de contrôle en tissus métalliques*

ISO 3696, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai*

ISO 6353-2, *Réactifs pour analyse chimique — Partie 2: Spécifications — Première série*

ISO 6353-3, *Réactifs pour analyse chimique — Partie 3: Spécifications — Deuxième série*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions donnés dans l'ISO 836 ainsi que les suivants s'appliquent.

- 3.1 matériaux réfractaires secs non façonnés**
particules et/ou poudre sèche(s) de matériaux réfractaires non façonnés
- 3.2 matériaux réfractaires humides non façonnés**
particules et/ou poudre humide(s) de matériaux réfractaires non façonnés, mélangée(s) avec un liquide (mortier et mélange d'agréats réfractaire et de brai ou de résine)

4 Préparation de l'échantillon pour essai

4.1 Brique réfractaire ou son matériau brut

Effectuer l'échantillonnage conformément au contrat conclu entre l'utilisateur et le producteur. Prélever une quantité spécifiée à partir d'un lot de l'échantillon, puis la broyer de manière à passer au tamis de 6,7 mm (voir l'ISO 3310-1). Réduire l'échantillon à environ 100 g par division ou quartage, puis broyer l'ensemble de manière à passer au tamis de 300 µm (ISO 3310-1).

4.2 Matériaux réfractaires non façonnés

Préparer deux prises d'essai d'environ 100 g chacune aux fins d'analyse (matériaux réfractaires secs et humides), puis les broyer de manière à passer au tamis de 300 µm (voir l'ISO 3310-1) conformément au mode opératoire suivant.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c800764a-5aea-49ea-936a-4491003683/iso-21078-1-2008>

4.3 Matériaux réfractaires secs non façonnés

Prélever un sac ou 5 kg de l'échantillon à partir d'un lot et le réduire à environ 100 g comme décrit en 4.1, puis le réduire de manière à passer au tamis de 300 µm.

4.4 Matériaux réfractaires humides non façonnés

Prélever une quantité spécifiée à partir de l'échantillon, puis l'étaler sur une plaque thermorésistante qui ne réagit pas avec l'échantillon (par exemple une plaque en tétrafluorure de polyéthylène), de manière à constituer une couche de 10 mm d'épaisseur. Sécher l'échantillon dans un bain d'air ou dans un four à 110 °C ± 5 °C pendant au moins 10 h. Puis le broyer de manière à passer au tamis de 6,7 mm, le réduire à environ 100 g par division ou quartage, puis le broyer de manière à passer au tamis de 300 µm (voir l'ISO 3310-1).

4.5 Échantillon de laboratoire

Réduire l'échantillon de laboratoire de 4.1 ou de 4.2 à environ 25 g par quartage et le broyer de manière à passer au tamis de 106 µm. Il s'agit de l'échantillon d'essai pour analyse. Le transvaser dans un récipient (par exemple un vase à peser plat de 50 × 30 mm) ou un tube échantillon (50 mm × 25 mm), le sécher dans une étuve à 110 °C ± 5 °C pendant au moins 2 h, le refroidir, puis l'entreposer dans un dessiccateur.

4.6 Pesage de la prise d'essai

Peser la quantité de la prise d'essai pour analyse chimique spécifiée pour le mode opératoire spécifique à 0,1 mg près, au moyen d'une balance analytique et consigner la masse réelle.

5 Nombre de déterminations

Réaliser des déterminations en double simultanément. Effectuer un essai à blanc sur les réactifs et tirer les conclusions qui s'imposent sur les résultats.

6 Détermination de l'oxyde de bore(III) par titrimétrie alcaline

6.1 Principe

L'échantillon est fondu dans l'hydroxyde de sodium dans une nacelle placée dans un four à environ 600 °C. Après refroidissement, le produit de fusion est dissous dans l'eau et la solution échantillon est complétée à environ 100 ml avec de l'eau. Les ions interférents laissés dans la solution échantillon sont précipités par ajout de carbonate de calcium. Après un premier ajustement du pH à 6,5 au moyen d'une solution d'hydroxyde de sodium, le mannitol est ajouté et les ions H⁺ libérés en conséquence sont titrés à l'aide d'hydroxyde de sodium pour obtenir un pH de 6,8.

6.2 Réactifs

Utiliser uniquement des réactifs dont la pureté analytique est connue et de l'eau conforme à la qualité 2 telle que définie dans l'ISO 3696 (par exemple de l'eau bidistillée).

Les concentrations en bore et en ion borate de l'eau et les réactifs doivent être négligeables comparées à la plus faible concentration à déterminer. Toutes les solutions sont aqueuses, sauf indication contraire.

6.2.1 Hydroxyde de sodium (ISO 6353-2 R 34), dosage, fraction massique minimale 98 %.

6.2.2 Acide chlorhydrique (concentré), (ISO 6353-2 R 13), fraction massique 35 %.

6.2.3 Acide chlorhydrique (1+1), ajouter 1 volume d'acide chlorhydrique (concentré) à 1 volume d'eau.

6.2.4 Carbonate de calcium (ISO 6353-3 R 53), dosage, fraction massique minimale 99,5 %.

6.2.5 Solution de pourpre de bromocrésol, C₂₁H₁₆Br₂O₅S, 1 g/l.

Dissoudre 0,1 g de pourpre de bromocrésol dans de l'eau et diluer à environ 100 ml. Conserver cette solution à l'abri de la lumière à basse température.

6.2.6 Solution étalon d'oxyde de bore(III), 0,1 mg de B₂O₃/ml.

Transvaser environ 0,5 g d'acide borique dans un bécher de 100 ml, l'étaler en fine couche, puis le sécher pendant 24 h dans un dessiccateur. Peser 0,177 6 g de cet acide borique à l'état sec et le transvaser dans un bécher en plastique de 200 ml. Dissoudre dans environ 100 ml d'eau et diluer à précisément 1 000 ml dans une fiole jaugée.

6.2.7 D(-)-mannitol, C₆H₁₄O₆.

6.2.8 Solution volumétrique étalon d'hydroxyde de sodium.

Transvaser 50 g d'hydroxyde de sodium dans un flacon en polyéthylène, ajouter 50 ml d'eau, puis dissoudre par refroidissement. Laisser reposer plusieurs jours sous un couvercle, prélever à l'aide d'une pipette 4,0 ml de la fraction surnageante, puis diluer à 2 000 ml dans une fiole jaugée. Transvaser cette solution dans un flacon de polyéthylène à l'aide d'une burette à remplissage automatique de 25 ml munie de tubes de chaux sodée pour absorber le dioxyde de carbone présent dans l'air.

Prélever précisément à l'aide d'une pipette 100 ml de la solution étalon d'oxyde de bore(III) (0,1 mg/ml) dans un bécher de 200 ml et agiter au moyen d'un agitateur magnétique, placer une électrode de pH dans la solution et ajouter, goutte à goutte, la solution volumétrique étalon d'hydroxyde de sodium jusqu'à ce que le pH atteigne une valeur de 6,5. Retirer l'électrode, ajouter 10 g de D(-)-mannitol, remettre l'électrode et titrer au moyen de la solution volumétrique étalon d'hydroxyde de sodium jusqu'à ce que le pH soit égal à 6,8.

Calculer le facteur d'équivalence, F , la masse en g, d'oxyde de bore(III) équivalente à 1 ml de la solution volumétrique étalon d'hydroxyde de sodium, à l'aide de l'Équation (1).

$$F = \frac{0,01}{V} \quad (1)$$

où V est le volume, en ml, du titrage de la solution volumétrique étalon d'hydroxyde de sodium après ajout de D(-)-mannitol.

6.3 Appareillage

Matériel courant de laboratoire et ce qui suit.

6.3.1 Nacelles, en or, en platine ou en porcelaine, de capacité nominale adaptée.

6.3.2 Couvercle, en or ou en platine

6.3.3 Four à moufle, avec régulation possible jusqu'à des températures d'au moins 700 °C.

6.3.4 pH-mètre, avec électrode de verre.

NOTE Un matériel de titrage automatique muni d'une burette à piston et un agitateur magnétique peuvent être utilisés pour faciliter l'analyse.

6.4 Masse de la prise d'essai

Peser 1,00 g de l'échantillon d'essai.

NOTE La masse de la prise d'essai est fonction de la teneur en bore. Elle est habituellement de 1,0 g.

6.5 Mode opératoire

Peser de 1 g à 2 g d'hydroxyde de sodium dans une nacelle, le recouvrir puis le fondre dans le four à environ 600 °C pendant environ 10 min. Après refroidissement dans le dessiccateur, ajouter l'échantillon pesé, le recouvrir avec de 1 g à 2 g d'hydroxyde de sodium, recouvrir la nacelle puis dissoudre par digestion à environ 600 °C pendant environ 30 min jusqu'à obtention d'un produit clair de fusion en remuant sans cesse. Après refroidissement, transvaser le vitrifiat dans un bécher de 250 ml, dissoudre les résidus éventuels dans la nacelle avec de l'eau, puis les transvaser dans le bécher en répétant ce mode opératoire plusieurs fois si nécessaire. Compléter la solution avec de l'eau pour atteindre environ 100 ml, puis chauffer jusqu'à désagrégation totale du vitrifiat.

Normaliser la solution échantillon par titrage avec de l'acide chlorhydrique (1+1), à l'aide de pourpre de bromocrésol en indicateur pour précipiter les ions interférents, en s'assurant que l'indicateur passe du violet au jaune. Puis ajouter une dose supplémentaire de 2 ml d'acide chlorhydrique (1+1) et chauffer jusqu'à ébullition pendant 1 min à 2 min. Retirer le bécher de la plaque chauffante et, au bout d'environ 2 min, ajouter un total de 1,5 g de carbonate de calcium petit à petit, puis porter de nouveau à ébullition un court instant. Filtrer le précipité sur papier-filtre bande blanche («white-ribbon») et le laver huit fois avec de l'eau chaude. Transvaser le résidu dans un bécher de 250 ml, acidifier avec de l'acide chlorhydrique (1+1) et répéter la précipitation par CaCO₃ comme décrit ci-dessus.

Compléter le filtrat combiné avec de l'eau jusqu'à environ 250 ml et le porter à ébullition un court instant. Après refroidissement, ajuster le pH de la solution d'essai à 6,5 avec la solution volumétrique étalon d'hydroxyde de sodium à l'aide de l'électrode de verre du pH-mètre. Ajouter ensuite 20 g de D(-)-mannitol à la solution puis le dissoudre tout en remuant. Puis titrer au moyen de la solution volumétrique étalon d'hydroxyde de sodium à un pH de 6,8 et relever le volume de solution utilisé pour le titrage d'un pH de 6,5 à un pH de 6,8.

6.6 Essai à blanc

Suivre le mode opératoire indiqué en 6.5 sans l'échantillon.

6.7 Calcul

Calculer la fraction massique d'oxyde de bore(III) de l'échantillon, w_{B1} , en pourcentage, à l'aide de l'Équation (2):

$$w_{B1} = \frac{(V_1 - V_2) \times F}{m} \times 100 \quad (2)$$

où

V_1 est le volume, en ml, de la solution volumétrique étalon d'hydroxyde de sodium pour le titrage de la solution d'essai après ajout de D(-)-mannitol;

V_2 est le volume, en ml, de la solution volumétrique étalon d'hydroxyde de sodium utilisée pour le titrage de la solution d'essai à blanc après ajout de D(-)-mannitol;

F est le facteur d'équivalence, en g, d'oxyde de bore(III) équivalent à 1 ml de solution volumétrique étalon d'hydroxyde de sodium;

m est la masse, en g, de la prise d'essai indiquée en 6.4.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

6.8 Interférences

Si le D(-)-mannitol employé pour la détermination est acide, soustraire au volume utilisé dans le titrage le volume équivalent de solution d'hydroxyde de sodium;

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c800764a-5aea-49ea-936a-848d30002/iso-21078-1-2008>

Si nécessaire, tenir compte de l'oxyde de germanium, que cette méthode permet également de détecter. Cela est réalisé en titrant une solution de GeO_2 de concentration identique à celle obtenue en 6.5.

7 Détermination de l'oxyde de bore(III) par spectrophotométrie d'absorption d'azométhine H

7.1 Principe

L'échantillon est fondu dans l'hydroxyde de sodium dans une nacelle placée dans un four à environ 600 °C. Après refroidissement, le produit de fusion est dissous dans l'eau et la solution échantillon est complétée à environ 100 ml avec de l'eau. Le pH de la solution échantillon est ajusté à 5,2, l'azométhine H est ajoutée et le complexe jaune est déterminé photométriquement à une longueur d'onde de 415 nm par comparaison avec les solutions de référence.

7.2 Réactifs

Utiliser uniquement des réactifs dont la pureté analytique est connue et de l'eau conforme à la qualité 2 telle que définie dans l'ISO 3696 (par exemple de l'eau bidistillée).

Les concentrations en bore et en ion borate de l'eau et les réactifs doivent être négligeables comparées à la plus faible concentration à déterminer. Toutes les solutions sont aqueuses sauf indication contraire.

7.2.1 Hydroxyde de sodium (ISO 6353-2 R 34), dosage, fraction massique minimale 98 %.

7.2.2 Acide chlorhydrique (concentré) (ISO 6353-2 R 13), fraction massique 35 %.

7.2.3 Acide chlorhydrique (1+1).

Ajouter 1 volume d'acide chlorhydrique (concentré) à 1 volume d'eau.

7.2.4 Acide borique, H_3BO_3 .

7.2.5 Solution mère d'oxyde de bore(III), 1 mg de B_2O_3 /ml.

Transvaser environ 2 g d'acide borique dans un bécher de 100 ml, l'étaler en fine couche, puis le sécher pendant 24 h dans un dessiccateur. Peser 1,776 g de cet acide borique à l'état sec et le transvaser dans un bécher en plastique de 200 ml. Dissoudre dans environ 100 ml d'eau et diluer à précisément 1 000 ml dans une fiole jaugée.

7.2.6 Solution étalon d'oxyde de bore(III) N° 1, 0,1 mg de B_2O_3 /ml.

À l'aide d'une pipette, verser 10 ml de la solution mère d'oxyde de bore(III) dans une fiole jaugée de 100 ml et compléter au trait de jauge avec de l'eau. Conserver la solution, qui ne sera stable que pendant une période d'environ 9 h, dans un flacon en plastique.

7.2.7 Solution étalon d'oxyde de bore(III) N° 2, 0,01 mg de B_2O_3 /ml.

À l'aide d'une pipette, verser 10 ml de la solution étalon d'oxyde de bore(III) N°1 dans une fiole jaugée de 100 ml, puis compléter au trait de jauge avec de l'eau. Réaliser une nouvelle solution avant chaque détermination.

7.2.8 Sel de sodium d'azométhine H, $C_7H_{12}NNaO_8S_2$.

7.2.9 Acide L(+)-ascorbique, $C_6H_8O_6$.

7.2.10 Solution d'azométhine H.

Mélanger 1 g d'azométhine H et 3 g d'acide ascorbique dans un bécher en verre de 100 ml à environ 60 ml d'eau, transvaser le mélange dans une fiole jaugée de 100 ml et compléter au trait de jauge avec de l'eau. Durant le mélange, la solution devient limpide. Transvaser la solution dans un flacon en plastique, puis l'entreposer dans un réfrigérateur; elle restera stable pendant une semaine.

7.2.11 Acétate d'ammonium, CH_3COONH_4 .

7.2.12 Acide acétique (ISO 6353-2 R 1), fraction massique minimale de 99,7 % sous forme de CH_3COOH .

7.2.13 Solution tampon.

Dissoudre 200 g d'acétate d'ammonium dans un bécher en verre avec environ 200 ml d'eau, ajouter 50 ml d'acide acétique, utiliser de l'eau pour rincer la solution dans une fiole jaugée de 500 ml, puis compléter au trait de jauge. Entreposer la solution dans un flacon en plastique.

7.2.14 Solution d'hydroxyde d'ammonium (concentré) (ISO 6353-2 R 3), fraction massique minimale de 25 % sous forme de NH_3 .

7.2.15 Solution d'hydroxyde d'ammonium (1+6), NH_4OH .

7.2.16 Éthylènediaminetétraacétate de disodium (EDTA- Na_2), $C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8,2H_2O$.

7.2.17 Monohydrate d'acide citrique, $C_6H_8O_7, H_2O$.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 21078-1:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c800764a-5aea-49ea-936a-b4f0d0f00683/iso-21078-1-2008>

7.2.18 Solution de complexage.

Mélanger 37,2 g d'éthylènediaminetétraacétate de disodium et 5 g de monohydrate d'acide citrique dans un bécher à environ 300 ml d'eau, puis ajouter 2 mol/l de solution d'hydroxyde d'ammonium jusqu'à ce que les réactifs se soient dissous et que la solution soit limpide. Puis ajuster le pH à 5 en ajoutant 2 mol/l de solution d'hydroxyde d'ammonium à l'aide de l'électrode de verre du pH-mètre. Compléter avec 500 ml d'eau.

7.2.19 2,2',2'',4,4'-pentaméthoxytriphénylcarbinol, C₂₄H₂₆O₆.

7.2.20 Éthanol (ISO 6353-2 R 11), fraction massique minimale de 99,8 % sous forme de C₂H₅OH.

7.2.21 Solution d'indicateur, préparée en dissolvant 50 mg de 2,2',2'',4,4'-pentaméthoxytriphénylcarbinol dans 50 ml d'éthanol tout en chauffant à feu doux. L'indicateur passe du violet à l'incolore lorsqu'il détecte un pH de 2 à 3.

7.2.22 Solution de chlorure de sodium, 241,7 g/l.

7.3 Appareillage

Matériel courant de laboratoire et ce qui suit.

7.3.1 Nacelles, en platine, en or ou en porcelaine, de capacité nominale adaptée.

7.3.2 Couvercle, en or ou en platine.

7.3.3 Four à moufle, avec régulation possible jusqu'à des températures d'au moins 700 °C.

7.3.4 Photomètre, à cellule de 1 cm.

7.4 Masse de la prise d'essai

Peser 0,50 g de l'échantillon d'essai.

NOTE La masse de la prise d'essai est fonction de la teneur en bore. Elle est habituellement de 0,5 g.

7.5 Mode opératoire

Peser de 1 g à 2 g d'hydroxyde de sodium dans une nacelle, le recouvrir puis le fondre dans le four à environ 600 °C pendant environ 10 min. Après refroidissement dans le dessiccateur, ajouter l'échantillon pesé, le recouvrir avec de 1 g à 2 g d'hydroxyde de sodium, recouvrir la nacelle puis dissoudre par digestion à environ 600 °C pendant environ 30 min jusqu'à obtention d'un produit clair de fusion, en remuant sans cesse. Incorporer 25 ml d'acide chlorhydrique (1+1) dans une fiole jaugée de 100 ml en plastique. Après refroidissement du produit de fusion, dissoudre le vitrifié dans un peu d'eau chaude, puis le transvaser dans la fiole jaugée, en répétant ce mode opératoire plusieurs fois si nécessaire. Après refroidissement, compléter au trait de jauge avec de l'eau.

Cette solution est qualifiée de solution mère S1.

Avant l'analyse, retirer le précipité d'oxyde de silicium(IV) présent dans les solutions échantillons par centrifugation, filtrage ou en le laissant se déposer.

Pipetter une portion aliquote de la solution mère S1 dans une fiole jaugée de 50 ml en plastique. Le volume de la portion aliquote à prélever dépend de la concentration attendue en bore(III) et est indiqué dans le Tableau 1.