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

Partie 2:

**Méthode d'extraction acide pour le
dosage de l'oxyde de bore(III) dans les
composants de liant**

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Determination of boron(III) oxide in refractory products —

*Part 2: Acid extraction method for the determination of boron(III) oxide in
binder components*

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b9ef8eb0-126c-4f0c-b4c2-5ea4aed2af2a/iso-21078-2-2006>



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 21078-2:2006](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b9ef8eb0-126c-4f0c-b4c2-5ea4aed2af2a/iso-21078-2-2006)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b9ef8eb0-126c-4f0c-b4c2-5ea4aed2af2a/iso-21078-2-2006>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2006

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

Version française parue en 2009

Publié en Suisse

Sommaire

	Page
1	Domaine d'application 1
2	Références normatives 1
3	Termes et définitions 1
4	Préparation de l'échantillon pour essai 1
5	Réactifs 2
6	Masse de la prise d'essai pour extraction 2
7	Préparation de la solution d'essai 2
8	Solution d'essai à blanc 3
9	Classification des méthodes de dosage 3
10	Dosage de l'oxyde de bore(III) par titrimétrie d'hydroxyde de sodium 3
11	Dosage de l'oxyde de bore(III) par spectrométrie d'émission atomique avec plasma induit par haute fréquence 5
12	Spectrophotométrie d'absorption avec ajout de curcumine (méthode à la rothocyanine) 7
13	Contrôle et assurance de la qualité 10
14	Expression des résultats d'essai 10
15	Rapport d'essai 10

ISO 21078-2:2006

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b9ef8eb0-126c-4f0c-b4c2-5ea4aed2af2a/iso-21078-2-2006>

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 21078-2 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 33, *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 2:

Méthode d'extraction acide pour le dosage de l'oxyde de bore(III) dans les composants de liant

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 21078 spécifie des méthodes de dosage de l'oxyde de bore(III), contenu dans la phase liante des réfractaires aluminosilicates, utilisant une méthode d'extraction acide.

Elle est applicable pour les réfractaires contenant moins de 1 % (fraction massique) d'oxyde de bore(III).

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*

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b9ef8eb0-126c-4f0c-b4c2-5e2daed2af2a/iso-21078-2-2006>

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*

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

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 et la broyer de manière à passer au tamis de 6,7 mm (voir l'ISO 3310-1) et la réduire à environ 100 g par division ou quartage. Puis broyer l'ensemble de manière à passer au tamis de 300 μm (voir l'ISO 3310-1).

4.2 Matériaux réfractaires non façonnés

Préparer deux prises d'essai d'environ 100 g chacune pour 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 (de 4.3 à 4.5).

4.3 Matériaux réfractaires secs non façonnés

Prélever un sac ou 50 kg de l'échantillon à partir d'un lot et le réduire à environ 100 g comme décrit plus haut, puis le réduire de manière à passer au tamis de 300 μm .

4.4 Échantillon de laboratoire

Réduire l'échantillon de laboratoire, préparé conformément à 4.1 ou à 4.2, à environ 25 g par quartage et le broyer de manière à passer au tamis de 106 μm . L'échantillon ainsi obtenu est l'échantillon pour essai pour analyse. Le transvaser dans un récipient [par exemple un vase à peser plat de (50 mm \times 30 mm) ou un tube échantillon de (50 mm \times 25 mm)], puis le sécher dans un dessiccateur à gel de silice pendant au moins 8 h.

4.5 Pesage de la prise d'essai

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

Effectuer deux extractions.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

5 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 dans l'eau et les réactifs doivent être négligeables comparées à la plus faible concentration à déterminer. Toutes les solutions sont aqueuses, sauf spécification contraire.

NOTE Les réactifs ci-dessous sont indiqués pour le processus d'extraction uniquement. Les réactifs pour le dosage du B_2O_3 sont indiqués dans les articles appropriés.

5.1 Acide chlorhydrique dilué (1 + 1)

Ajouter 1 volume d'acide chlorhydrique (concentré, 35 % en fraction massique) à 1 volume d'eau, puis mélanger et laisser refroidir.

5.2 Acide chlorhydrique dilué (1 + 50)

Ajouter 1 volume d'acide chlorhydrique, (concentré, 35 % en fraction massique) à 50 volumes d'eau.

6 Masse de la prise d'essai pour extraction

Peser 5,0 g de l'échantillon pour essai.

7 Préparation de la solution d'essai

Peser l'échantillon sec et le transvaser dans un bécher en plastique d'une capacité de 200 ml. À l'aide d'une éprouvette graduée, ajouter 20 ml de solution d'acide chlorhydrique (1 + 1) (5.1) et 50 ml d'eau tiède, puis

mélanger intimement. Laisser reposer pendant environ 30 min \pm 2 min tout en agitant, pour dissoudre les composants solubles du liant.

Filtrer à l'aide d'un papier filtre à texture fine et laver à l'acide chlorhydrique dilué (1 + 50) (5.2) tiède. Transférer le filtrat et la fraction liquide dans une fiole jaugée de 250 ml, puis diluer au trait de jauge avec de l'eau. Transvaser dans une bouteille en plastique. Cette solution est appelée «solution d'essai» pour le dosage de l'oxyde de bore(III).

8 Solution d'essai à blanc

Suivre le mode opératoire indiqué dans l'Article 7, sans l'échantillon. Cette solution est appelée «solution d'essai à blanc».

9 Classification des méthodes de dosage

Le dosage de l'oxyde de bore(III) s'effectue à l'aide de l'une des trois méthodes suivantes.

a) Titrimétrie d'hydroxyde de sodium.

NOTE La présente méthode s'applique aux échantillons contenant plus de 0,5 % (en fraction massique) d'oxyde de bore(III).

b) Spectrométrie d'émission atomique avec plasma induit par haute fréquence (ICP-AES).

c) Spectrophotométrie d'absorption avec la curcumine (méthode à la rothocyanine).

10 Dosage de l'oxyde de bore(III) par titrimétrie d'hydroxyde de sodium

ISO 21078-2:2006

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b9ef8eb0-126c-4f0c-b4c2-5ea4aed2af2a/iso-21078-2-2006>

10.1 Principe

Un volume spécifié de la solution d'essai est prélevé et ajusté à un pH d'environ 5,0. Le précipité contenant de l'acide silicique est extrait par filtration. Le pH du filtrat est ajusté à 6,3 et du D(–)-mannitol est ajouté au filtrat. Ensuite, les ions H⁺ libérés par le mannitol dans la solution sont titrés avec la solution étalon d'hydroxyde de sodium jusqu'à ce que le pH de la solution revienne à 6,3.

10.2 Réactifs

10.2.1 Acide chlorhydrique dilué.

Préparer de l'acide chlorhydrique dilué (1 + 50) comme décrit en 5.2.

10.2.2 D(–)-mannitol (C₆H₁₄O₆).

10.2.3 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 pendant une durée maximale de 7 jours.

10.2.4 Solution étalon d'oxyde de bore(III), B₂O₃ 0,1 mg/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 à gel de silice. Peser 0,177 6 g de cet acide borique séché 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 1 000 ml précisément dans une fiole jaugée.

10.2.5 Solution volumétrique étalon d'hydroxyde de sodium.

Transvaser 50 g d'hydroxyde de sodium dans un flacon en polyéthylène, ajouter 50 ml d'eau, dissoudre tout en refroidissant et placer un bouchon étanche. Conserver le flacon fermé plusieurs jours, 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 sodique 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 (10.2.2), 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*, c'est-à-dire la masse, en grammes, d'oxyde de bore(III) équivalente à 1 ml de la solution volumétrique étalon d'hydroxyde de sodium, à l'aide de l'équation:

$$F = \frac{0,01}{V} \tag{1}$$

où

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

0,01 est la concentration de la solution de NaOH, en mol/l.

ITeC STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

10.3 Mode opératoire

Prélever précisément, à l'aide d'une pipette, 50 ml des deux solutions d'essai (voir 4.5 et Article 7) dans deux béchers de 200 ml et ajouter 2 ou 3 gouttes de solution de pourpre de bromocresol (10.2.3) comme indicateur. Ajouter la solution volumétrique étalon d'hydroxyde de sodium (10.2.5) jusqu'à ce que la couleur de la solution devienne bleue, puis ajouter, goutte à goutte, de l'acide chlorhydrique dilué (1 + 50) (5.2) jusqu'à ce que la couleur devienne jaune.

Porter à ébullition pendant 20 min en couvrant avec un verre de montre, laver le verre de montre avec de l'eau et le retirer, puis filtrer avec un papier filtre (pores fermés) et laver plusieurs fois avec de l'eau chaude.

NOTE Si la couleur jaune-verte apparaît au cours de la période d'ébullition, conserver la couleur jaune en ajoutant des gouttes d'acide chlorhydrique dilué (1 + 50) (5.2).

Laisser refroidir et diluer jusqu'à 100 ml avec de l'eau. 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 (10.2.5) jusqu'à ce que le pH atteigne une valeur de 6,3. Retirer l'électrode, ajouter 10 g de D(-)-mannitol (10.2.2), 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 6,3.

10.4 Essai à blanc

Répéter le mode opératoire indiqué en 10.3 en utilisant la solution d'essai à blanc (voir Article 8).

10.5 Calcul

Calculer la fraction massique d'oxyde de bore(III) de l'échantillon, *w_B*, en pourcentage, à l'aide de l'Équation (2):

$$w_B = \frac{(V_1 - V_2) \times F}{m} \times \frac{250}{50} \times 100 \tag{2}$$

où

- V_1 est le volume, en millilitres, du titrage de la solution volumétrique étalon d'hydroxyde de sodium pour la solution d'essai après ajout de D(–)-mannitol;
- V_2 est le volume, en millilitres, du titrage de la solution volumétrique étalon d'hydroxyde de sodium pour la solution d'essai à blanc après ajout de D(–)-mannitol;
- F est le facteur équivalent, en grammes, d'oxyde de bore(III) équivalent à 1 ml de solution volumétrique étalon d'hydroxyde de sodium;
- m est la masse, en grammes, de la prise d'essai indiquée dans l'Article 6.

Exprimer le résultat sous la forme de la moyenne de trois déterminations, arrondi conformément à l'ISO 31-0 (voir Article 14).

11 Dosage de l'oxyde de bore(III) par spectrométrie d'émission atomique avec plasma induit par haute fréquence

11.1 Principe

La solution échantillon est injectée dans le plasma d'argon d'un spectromètre d'émission atomique avec plasma induit par haute fréquence (spectromètre ICP-AE) et l'émission caractéristique de l'élément Bore (B) est déterminée à une longueur d'onde de 249,678 nm, ou à une autre longueur d'onde appropriée, par rapport aux solutions de référence.

La longueur d'onde de 249,678 nm peut être perturbée par une interférence liée à la présence de fer. Dans ce cas, il convient d'utiliser une longueur d'onde de 208,959 nm.

11.2 Réactif

11.2.1 Solution étalon d'oxyde de bore(III), B₂O₃, 0,1 mg/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 à gel de silice. 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.

11.3 Étalonnage

Transvaser précisément de 0 ml à 50,0 ml de la solution étalon d'oxyde de bore(III) (10.2.4) [0 mg à 5 mg d'oxyde de bore(III)] dans plusieurs fioles jaugées de 100 ml. Ajouter 25 ml de la solution d'essai à blanc obtenue à l'Article 8 dans chaque fiole et diluer au trait avec de l'eau.

Analyser ces solutions avec le spectromètre ICP-AE, en s'assurant que le coefficient de corrélation de la régression est supérieur ou égal à 0,999.

Après l'étalonnage initial, l'appareil peut être ajusté sur un point d'étalonnage zéro et un point d'étalonnage en haut de gamme, sauf s'il y a eu des modifications importantes sur l'appareil tels qu'un entretien, une réparation ou une modification de la sensibilité. Dans tous les cas, il convient de réaliser un point médian à l'aide d'une solution étalon d'oxyde de bore(III) différente de celle utilisée pour étalonner le zéro et le point haut (11.2). Ce point médian doit être soumis à essai comme point inconnu pour valider l'étalonnage, et la différence entre sa valeur réelle et théorique doit être inférieure à deux fois les limites établies pour les doubles dans le Tableau 3. Dans le cas contraire, il convient de reproduire le point médian et, si cela ne respecte pas les critères, l'appareil doit être étalonné à nouveau.