
NORME INTERNATIONALE



1918

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

Acide borique, oxyde borique, tétraborates disodiques et borates de sodium bruts à usage industriel — Dosage des composés soufrés — Méthode volumétrique

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Première édition — 1972-08-01

[ISO 1918:1972](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/206fd19d-dcc7-4ff8-9e29-ca9942cc932c/iso-1918-1972>

CDU 661.651 : 543

Réf. N° : ISO 1918-1972 (F)

Descripteurs : acide borique, oxyde borique, borate de sodium, analyse chimique, analyse volumétrique, dosage, soufre.

Prix basé sur 2 pages

AVANT-PROPOS

ISO (Organisation Internationale de Normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (Comités Membres ISO). L'élaboration de Normes Internationales est confiée aux Comités Techniques 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 1918 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 47, *Chimie*.

Elle fut approuvée en juillet 1970 par les Comités Membres des pays suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	Grèce	Portugal
Allemagne	Hongrie	Roumanie
Australie	Inde	Royaume-Uni
Autriche	Israël	Suisse
Belgique	Italie	Tchécoslovaquie
Chili	Japon	Thaïlande
Egypte, Rép. arabe d'	Nouvelle-Zélande	Turquie
Espagne	Pays-Bas	U.R.S.S.
France	Pologne	

Aucun Comité Membre n'a désapprouvé le document.

Acide borique, oxyde borique, tétraborates disodiques et borates de sodium bruts à usage industriel – Dosage des composés soufrés – Méthode volumétrique

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie une méthode volumétrique de dosage des composés soufrés de l'acide borique, de l'oxyde borique, des tétraborates disodiques et des borates de sodium bruts à usage industriel.

2 PRINCIPE

Réduction des composés soufrés en sulfure d'hydrogène, par chauffage avec un mélange d'acide iodhydrique et d'acide hypophosphoreux. Absorption du sulfure d'hydrogène dégagé dans un mélange d'hydroxyde de sodium et d'acétone. Dosage du sulfure par titrage à l'aide d'une solution titrée d'acétate mercurique en présence de dithizone comme indicateur.

3 RÉACTIFS

Au cours de l'analyse, n'utiliser que de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

3.1 Acétone.

3.2 Azote, exempt d'oxygène.

3.3 Acide chlorhydrique, ρ 1,19 g/ml, solution à 38 % (m/m) environ.

3.4 Hydroxyde de sodium, solution environ N.

3.5 Solution réductrice.

Dans un ballon de 500 ml à fond rond, muni d'un joint rodé en verre, mélanger

- 50 ml d'acide hypophosphoreux, à 50 % (m/m),
- 100 ml de l'acide chlorhydrique (3.3),
- 120 ml d'acide iodhydrique, ρ 1,9 g/ml environ.

Fixer un réfrigérant à reflux et introduire un tube en verre à travers le réfrigérant pour permettre l'introduction d'un courant d'azote (3.2) dans le mélange. Faire bouillir sous reflux pendant 4 h en maintenant un passage continu du courant d'azote à travers le mélange. Laisser celui-ci refroidir, toujours avec barbotage de l'azote. Conserver dans un flacon en verre sombre.

3.6 Acétate de mercure (II), solution titrée 0,001 M.

Dissoudre 0,318 7 g d'acétate de mercure (II) dans de l'eau et compléter le volume à 1 000 ml.

3.7 Dithizone, solution acétonique à 1 g/l.

Dissoudre 0,1 g de dithizone dans 100 ml d'acétone (3.1).

4 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et

4.1 Appareillage à joints en verre rodés¹⁾ (voir Figure), composés des éléments suivants :

- A) **Ballon à fond rond**, avec un col central et un col latéral;
- B) **Réfrigérant de Liebig**;
- C) **Récipient collecteur**;
- D) **Microburette**, capacité 2 ml, graduée en 0,01 ml, munie d'un robinet d'arrêt latéral.

5 MODE OPÉRATOIRE

5.1 Prise d'essai

5.1.1 Acide borique, oxyde de bore et tétraborates disodiques

Peser, à 0,001 g près, 1,0 g de l'échantillon pour laboratoire.

5.1.2 Borates de sodium bruts

Peser, à 0,001 g près, 0,5 g de l'échantillon pour laboratoire, finement broyé.

5.2 Dosage

Introduire la prise d'essai (5.1) dans le ballon (A) et ajouter 1 ml d'eau. Ajouter 5 ml de la solution d'hydroxyde de sodium (3.4) et 5 ml d'acétone (3.1) dans le récipient collecteur (C). Assembler l'appareil comme indiqué dans la Figure, à l'exception du bain d'eau bouillante. Ajouter, à travers le col latéral du ballon (A), 10 ml de la solution réductrice (3.5), remettre en place immédiatement le tube

1) Voir ISO/R 383.

latéral et régler le courant d'azote (3.2) à environ 15 ml/min. Mettre en place le bain d'eau bouillante et procéder au chauffage du ballon (A). Ajouter dans le récipient collecteur (C) 0,1 ml de la solution de dithizone (3.7) et, à l'aide de la microburette (D), 1 goutte de la solution titrée d'acétate de mercure (II) (3.6). Le contenu du récipient collecteur (C) prend une coloration rouge. Le début du dégagement du sulfure d'hydrogène est indiqué par le changement de la coloration du contenu du récipient collecteur (C) virant du rouge au jaune. Lorsque ce changement se produit, continuer le chauffage du ballon pendant 20 min.

Le passage du courant d'azote (3.2) étant maintenu, titrer le contenu du récipient collecteur à l'aide de la solution titrée d'acétate de mercure (II) (3.6) jusqu'à l'obtention d'une coloration rouge permanente.

5.3 Essai à blanc

Introduire dans le ballon (A) 1 ml d'eau et opérer suivant les instructions données en 5.2.

6 EXPRESSION DES RÉSULTATS

La teneur en composés soufrés, exprimée en sulfate (SO₄) est donnée, en milligrammes par kilogramme, par la formule

$$\frac{V_1 - V_2}{m} \times 96$$

où

V₁ est le volume, en millilitres, de la solution titrée d'acétate de mercure (II) (3.6) utilisé pour le titrage;

V₂ est le volume, en millilitres, de la solution titrée d'acétate de mercure (II) (3.6) utilisé pour l'essai à blanc;

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

7 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

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

- a) référence de la méthode utilisée;
- b) résultats, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;
- c) compte-rendu de tous détails particuliers éventuels relevés au cours de l'essai;
- d) compte-rendu de toutes opérations non prévues dans la présente Norme Internationale ou facultatives.

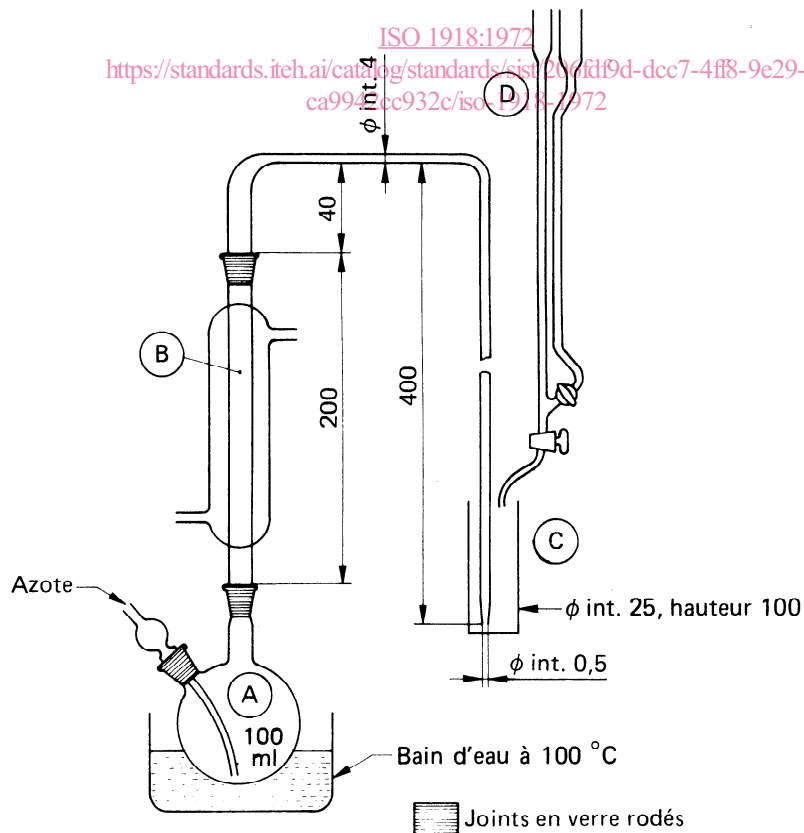


FIGURE — Appareillage (4.1)