

---

# NORME INTERNATIONALE 2214

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

---

**Acide borique, oxyde borique et tétraborates disodiques  
à usage industriel — Dosage du manganèse —  
Méthode photométrique à l'oxime de formaldéhyde**

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

Première édition — 1972-07-15

[ISO 2214:1972](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2aba6f49-0b37-4b69-a6ec-abd6332b0aef/iso-2214-1972>

---

CDU 661.65 : 546.711 : 543.42

Réf. N° : ISO 2214-1972 (F)

**Descripteurs** : acide borique, oxyde borique, borate de sodium, analyse chimique, dosage, manganèse, photométrie.

## 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 2214 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 47, *Chimie*.

**ITeCh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

Elle fut approuvée en août 1971 par les Comités Membres des pays suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	Inde	<a href="https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2aba6f49-0b37-4b69-a6ec-abd6334102ef/iso-2214-1972">ISO 2214:1972</a>
Allemagne	Irlande	Royaume-Uni
Autriche	Israël	Suède
Belgique	Italie	Suisse
Chili	Nouvelle-Zélande	Tchécoslovaquie
Egypte, Rép. arabe d'	Pays-Bas	Thaïlande
Espagne	Pologne	Turquie
France	Portugal	U.R.S.S.
Hongrie	Roumanie	U.S.A.
		Yougoslavie

Aucun Comité Membre n'a désapprouvé le document.

# Acide borique, oxyde borique et tétraborates disodiques à usage industriel – Dosage du manganèse – Méthode photométrique à l'oxime de formaldéhyde

## 1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie une méthode photométrique à l'oxime de formaldéhyde pour le dosage du manganèse dans l'acide borique, l'oxyde borique et les tétraborates disodiques à usage industriel.

## 2 PRINCIPE

Elimination du bore par évaporation avec du méthanol, séparation du manganèse et des autres métaux dans le résidu, par extraction au chloroforme des diéthyl-dithiocarbamates. Destruction des diéthyl-dithiocarbamates avec un mélange d'acide sulfurique et de peroxyde d'hydrogène. Elimination du fer interférent, par extraction sous forme de thiocyanate.

Formation d'un complexe coloré oxime de formaldéhyde-manganèse dans une solution alcaline et mesure photométrique à une longueur d'onde aux environs de 450 nm.

## 3 RÉACTIFS

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

### 3.1 Solvant organique pour l'extraction

Mélanger un volume d'un mélange des isomères de l'alcool amylique avec un volume d'acétate d'amyle.

### 3.2 Chloroforme, redistillé.

### 3.3 Méthanol, redistillé.

3.4 Acide chlorhydrique,  $\rho$  1,19 g/ml environ, solution à 38 % (m/m) ou environ 12 N.

3.5 Ammoniaque,  $\rho$  0,88 g/ml environ, solution à 35 % (m/m) ou environ 18 N.

3.6 Acide sulfurique, solution 16 N environ.

3.7 Hydroxyde de sodium, solution 6 N environ.

3.8 Thiocyanate d'ammonium, solution à 100 g/l.

3.9 Chlorhydrate du formaldéhyde oxime, solution à 60 g/l.

3.10 Peroxyde d'hydrogène, solution à 500 g/l.

3.11 Chlorure d'hydroxylammonium, solution à 100 g/l.

NOTE – Le chlorure d'hydroxylammonium solide ne doit pas être mis en contact avec la peau. La solution doit être délivrée à l'aide d'une burette ou d'une pipette de sécurité.

3.12 Tartrate de sodium et de potassium, solution à 100 g/l.

3.13 Diéthyl-dithiocarbamate de sodium, solution à 10 g/l.

Dissoudre 1 g de diéthyl-dithiocarbamate de sodium dans 100 ml d'eau et filtrer avant l'emploi.

3.14 Manganèse, solution étalon à 0,10 g/l de Mn.

Mesurer, à l'aide d'une burette, 45,51 ml de solution de permanganate de potassium exactement 0,1 N, et les introduire dans une fiole conique de 250 ml.

NOTE – Si la normalité de la solution de permanganate de potassium utilisée n'est pas exactement 0,1 N, utiliser un volume de solution équivalent à 45,51 ml de solution 0,1 N.

Ajouter, goutte à goutte, dans la fiole, une solution saturée de dioxyde de soufre jusqu'à ce que le contenu de la fiole soit clair et non coloré. Faire bouillir la solution pour éliminer l'excès de dioxyde de soufre et laisser refroidir. Transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 500 ml, compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution contient 100  $\mu$ g de manganèse.

3.15 Manganèse, solution étalon à 0,01 g/l de Mn.

Transvaser 10,0 ml de la solution étalon de manganèse (3.14) dans une fiole jaugée de 100 ml, compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution contient 10  $\mu$ g de manganèse.

Préparer cette solution au moment de l'emploi.

3.16 Rouge de crésol, solution à 0,2 g/l.

**4 APPAREILLAGE**

Matériel courant de laboratoire, et

**4.1 Spectrophotomètre, avec cuves de 4 cm, ou**

**4.2 Electrophotomètre, avec cuves de 4 cm.**

NOTE — Il est essentiel que la verrerie utilisée pour cette détermination soit rigoureusement propre; les béchers, etc. doivent être nettoyés avec une solution bouillante d'acide chlorhydrique environ 6 N et rincés à l'eau.

**5 MODE OPÉRATOIRE**

**5.1 Prise d'essai**

Peser, à 0,1 g près, une quantité de l'échantillon pour essai pouvant aller jusqu'à 10,0 g, ne contenant pas plus de 25 µg de manganèse.

**5.2 Essai à blanc**

Introduire dans un bécher 30 ml de la solution d'acide chlorhydrique (3.4), chauffer jusqu'à ce que le volume soit réduit à environ 10 ml et effectuer l'essai à blanc en suivant les instructions données en 5.4.

**5.3 Exécution de la courbe d'étalonnage**

**5.3.1 Préparation des solutions témoins pour mesures photométriques avec cuves de 4 cm.**

Dans une série de six fioles jaugées de 25 ml, introduire les quantités de la solution étalon de manganèse (3.15) indiquées dans le tableau ci-dessous :

Volume de la solution étalon de manganèse (3.15)	Masse correspondante de manganèse
ml	µg
0 <sup>1)</sup>	0
0,5	5
1,0	10
1,5	15
2,0	20
2,5	25

1) Solution de compensation.

**5.3.2 Développement de la coloration**

Ajouter dans chaque fiole environ 10 ml d'eau, 2,0 ml de la solution de chlorure d'hydroxylammonium (3.11) et 0,5 ml de la solution de chlorhydrate du formaldéhyde oxime (3.9). Mélanger, ajouter 5 ml de la solution d'ammoniacque (3.5) et diluer au volume avec de l'eau. Mélanger énergiquement et laisser reposer pendant 10 min.

**5.3.3 Mesures photométriques**

A l'aide du spectrophotomètre (4.1) et à une longueur

d'onde aux environs de 450 nm, ou de l'électrophotomètre (4.2) muni de filtres appropriés, effectuer les mesurages photométriques après avoir ajusté l'appareil au zéro d'absorbance par rapport à l'eau. Déduire l'absorbance de la solution de compensation de celle des solutions témoins.

**5.3.4 Tracé de la courbe d'étalonnage**

Tracer un graphique en portant, par exemple, sur l'axe des abscisses, les valeurs exprimées en microgrammes des quantités de manganèse contenues dans 25 ml de solution témoin, et, sur l'axe des ordonnées, les valeurs correspondantes de l'absorbance.

**5.4 Dosage**

**5.4.1 Préparation de la solution d'essai**

Introduire la prise d'essai (5.1) dans un bécher de 250 ml. Ajouter 20 ml d'eau et 20 ml de la solution d'acide chlorhydrique (3.4), et faire évaporer avec précaution jusqu'à siccité sur un bain d'eau bouillante. Mélanger 5 ml de la solution d'acide chlorhydrique (3.4) et 50 ml de méthanol (3.3) et ajouter ce mélange au bécher, en le faisant couler de façon à entraîner toute matière solide qui pourrait adhérer aux parois intérieures du bécher. Faire évaporer jusqu'à siccité sur le bain d'eau bouillante. Répéter cette évaporation deux fois, en ajoutant le mélange acide chlorhydrique-méthanol de la manière décrite. Ajouter au résidu 1,0 ml de la solution d'acide chlorhydrique (3.4) et 100 ml d'eau. Agiter pour dissoudre le contenu du bécher.

Ajouter à la solution bouillante 50 ml d'eau et 2 ml de la solution de chlorure d'hydroxylammonium (3.11). Faire bouillir la solution à nouveau pendant 5 min puis laisser refroidir légèrement. Ajouter 5,0 ml de la solution de tartrate de sodium et de potassium (3.12) et 5 gouttes de la solution de rouge de crésol (3.16). Ajouter, avec précaution, la solution d'ammoniacque (3.5) en mélangeant continuellement jusqu'à ce que la coloration de l'indicateur vire au jaune, puis, goutte à goutte, jusqu'à l'apparition d'une coloration pourpre de l'indicateur.

Refroidir la solution et ajouter immédiatement 5 ml de la solution de diéthylthiocarbamate de sodium (3.13), mélanger soigneusement et laisser reposer pendant 10 min.

Transvaser quantitativement la solution dans une ampoule à décantation de 250 ml et extraire avec des portions de 10 ml de chloroforme (3.2) jusqu'à ce que l'extrait final soit incolore. Recueillir les extraits dans une fiole conique contenant 2 ml de la solution d'acide sulfurique (3.6).

Chauffer la fiole sur une plaque chauffante, jusqu'à dégagement de fumées blanches. Ajouter, avec précaution, au résidu, à l'aide d'une pipette compte-gouttes, de la solution de peroxyde d'hydrogène (3.10). Refroidir la solution, ajouter avec précaution 5 ml d'eau et laisser encore refroidir. Ajouter 5,0 ml de la solution d'hydroxyde de sodium (3.7) et 5,0 ml de la solution de thiocyanate d'ammonium (3.8). Bien mélanger, transvaser dans une ampoule à décantation de 100 ml et extraire avec des portions de 10 ml de solvant organique (3.1) jusqu'à ce que l'extrait soit incolore.

#### 5.4.2 Développement de la coloration

Transvaser la solution d'essai (5.4.1) dans une fiole jaugée de 25 ml et procéder au développement de la coloration d'après les instructions de 5.3.2.

#### 5.4.3 Mesures photométriques

Effectuer les mesurages photométriques de la solution d'essai et de la solution à blanc d'après les modalités de 5.3.3, après avoir ajusté l'appareil au zéro d'absorbance par rapport à l'eau.

### 6 EXPRESSION DES RÉSULTATS

Déterminer, au moyen de la courbe d'étalonnage (voir 5.3.4) la quantité de manganèse correspondant à l'absorbance de la solution d'essai et à celle de l'essai à blanc.

La teneur en manganèse (Mn), exprimée en parties par million en masse, est donnée par la formule

$$\frac{m_1 - m_2}{m_0}$$

où

$m_0$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai;

$m_1$  est la masse, en microgrammes, de manganèse trouvé dans la solution d'essai;

$m_2$  est la masse, en microgrammes, de manganèse trouvé dans la solution de l'essai à blanc.

### 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.

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
(standards.iteh.ai)

ISO 2214:1972

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2aba6f49-0b37-4b69-a6ec-abd6332b0aef/iso-2214-1972>

Page blanche

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 2214:1972

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2aba6f49-0b37-4b69-a6ec-abd6332b0aef/iso-2214-1972>

Page blanche

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 2214:1972

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2aba6f49-0b37-4b69-a6ec-abd6332b0aef/iso-2214-1972>

Page blanche

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 2214:1972

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2aba6f49-0b37-4b69-a6ec-abd6332b0aef/iso-2214-1972>