
NORME INTERNATIONALE 2865

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

Oxyde d'aluminium principalement utilisé pour la production de l'aluminium — Dosage du bore — Méthode spectrophotométrique à la curcumine

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Première édition — 1973-12-15

[ISO 2865:1973](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/db918110-312b-48fe-b662-250e6ab5e7ef/iso-2865-1973)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/db918110-312b-48fe-b662-250e6ab5e7ef/iso-2865-1973>

CDU 661.862.22 : 546.27 : 543.42

Réf. N° : ISO 2865-1973 (F)

Descripteurs : oxyde d'aluminium, analyse chimique, dosage, bore, spectrophotométrie.

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 2865 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 47, *Chimie*, et soumise aux Comités Membres en août 1972.

Elle a été approuvée par les Comités Membres des pays suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	Irlande	Royaume-Uni
Allemagne	Israël	Suède
Autriche	Italie	Suisse
Belgique	Mexique	Tchécoslovaquie
Egypte, Rép. arabe d'	Nouvelle-Zélande	Thaïlande
France	Pologne	Turquie
Hongrie	Portugal	U.R.S.S.
Inde	Roumanie	

Le Comité Membre du pays suivant a désapprouvé le document pour des raisons techniques :

Pays-Bas

Oxyde d'aluminium principalement utilisé pour la production de l'aluminium – Dosage du bore – Méthode spectrophotométrique à la curcumine

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie une méthode spectrophotométrique à la curcumine de dosage du bore, dans l'oxyde d'aluminium principalement utilisé pour la production de l'aluminium.

La méthode est applicable aux teneurs en bore exprimé en oxyde de bore (B_2O_3), supérieures à 0,000 6 % c'est-à-dire supérieures à 0,000 2 % de bore (B).

NOTE — La sensibilité de la méthode, comme il ressort de la courbe d'étalonnage, est en réalité supérieure. Dans le cas d'un essai à blanc très faible, avec un appareil suffisamment sensible, la limite inférieure d'application de la méthode peut être abaissée jusqu'à 0,000 08 % d'oxyde de bore (B_2O_3), correspondant à 0,000 025 % de bore (B).

2 RÉFÉRENCE

ISO/R 802, *Oxyde d'aluminium principalement utilisé pour la production de l'aluminium — Préparation et conservation des échantillons pour essai.*

3 PRINCIPE

Mise en solution d'une prise d'essai par attaque à l'acide phosphorique. Séparation du bore par distillation sous forme de méthyl borate. Formation d'un complexe de coloration rouge entre le bore et le réactif curcumine, à pH 7.

Mesurage spectrophotométrique du complexe à une longueur d'onde aux environs de 550 nm.

4 RÉACTIFS

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

4.1 Acide orthophosphorique, ρ 1,70 g/ml environ solution à 85 % (m/m) environ.

4.2 Méthanol, ρ 0,79 g/ml environ.

4.3 Éthanol, ρ 0,81 g/ml environ.

4.4 Glycérol, solution alcaline.

Dissoudre 1 g d'hydroxyde de sodium et 0,1 g de chlorure de sodium dans environ 100 ml d'eau additionnée de 3,0 ml de glycérol. Conserver la solution dans une fiole en quartz.

4.5 Curcumine, solution réactive.

Introduire, dans une fiole jaugée en quartz de 250 ml de capacité :

— 175 ml d'éthanol (4.3);

— 3,75 g d'acide oxalique $[(COOH)_2 \cdot 2H_2O]$;

— 6,25 ml d'une solution d'acide chlorhydrique ρ 1,19 g/ml environ, solution à 38 % m/m environ;

— 19 ml d'eau;

— 0,087 5 g de curcumine.

Agiter jusqu'à complète dissolution, compléter au volume avec l'éthanol (4.3), et homogénéiser.

Conserver la solution à l'abri de la lumière, et à 20 °C environ. Cette solution est stable durant 2 mois au moins.

4.6 Bore, solution étalon correspondant à 0,08 g de B_2O_3 par litre.

Peser à 0,000 1 g près, 0,142 1 g d'acide borique (H_3BO_3). Les introduire dans un bécher en quartz de capacité convenable (200 ml, par exemple), et les dissoudre avec de l'eau. Transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée en quartz de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 0,08 mg de B_2O_3 .

4.7 Bore, solution étalon correspondant à 0,000 8 g de B_2O_3 par litre.

Prélever 10,0 ml de la solution étalon de bore (4.6), les introduire dans une fiole jaugée en quartz de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 0,8 µg de B₂O₃.

Préparer cette solution au moment de l'emploi.

4.8 Bleu de thymol, solution à 0,5 g/l.

Dissoudre 0,05 g de bleu de thymol dans de l'eau, et compléter le volume à 100 ml.

5 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et :

5.1 Appareillage en quartz, pour la distillation du bore.

L'appareillage (voir, à titre d'exemple, les figures 1 et 2) est constitué par :

5.1.1 Ballon à distiller, de 250 ml, à col rodé;

NOTE — Remplacer ce ballon dès qu'il présente des signes d'attaque par l'acide phosphorique.

5.1.2 Tube de protection, coudé, muni de joints rodés;

5.1.3 Raccord, avec trois joints rodés;

5.1.4 Entonnoir cylindrique à robinet, muni de joint et de bouchon rodé;

5.1.5 Raccord coudé, à deux joints rodés;

5.1.6 Réfrigérant de Liebig, à joints rodés (longueur utile, 400 mm environ).

NOTE — Utiliser des appareillages distincts pour la distillation de :

- l'essai à blanc;
- les prises d'essai contenant moins de 13 µg de B₂O₃;
- les prises d'essai contenant plus de 13 µg de B₂O₃.

Laver soigneusement l'appareillage avant l'emploi, en chauffant à l'ébullition 100 ml d'une solution 10 N environ d'acide chlorhydrique et, après avoir rejeté la solution chlorhydrique, en distillant 100 ml de méthanol (4.2) acidifié par de l'acide chlorhydrique.

5.2 Bêcher en quartz, capacité 250 ml environ.

5.3 Bain d'eau, réglable à 55 ± 1 °C (voir Figure 3).

5.4 Thermomètre couvrant l'intervalle de température de 20 à 140 °C.

5.5 Baguette, en matière plastique.

5.6 Capsules en platine, diamètre 75 mm environ, hauteur 35 mm environ.

NOTE — Avant l'emploi, laver soigneusement les capsules avec une solution d'acide chlorhydrique 10 N environ puis avec du méthanol (4.2). Utiliser des capsules distinctes pour :

- l'essai à blanc;
- les prises d'essai contenant moins de 13 µg de B₂O₃;
- les prises d'essai contenant plus de 13 µg de B₂O₃.

5.7 Bain au glycérol ou à l'huile de silicone.

5.8 Spectrophotomètre.

6 MODE OPÉRATOIRE

6.1 Prise d'essai

Peser à 0,001 g près, 1 g de l'échantillon séché à 300 °C préparé d'après le paragraphe 2.3 de ISO/R 802.

6.2 Essai à blanc

Effectuer parallèlement, et suivant le même mode opératoire, un essai à blanc en l'absence d'oxyde d'aluminium pur, avec les mêmes quantités de tous les réactifs que celles employées pour le dosage.

6.3 Établissement de la courbe d'étalonnage

6.3.1 Préparations des solutions témoins, rapportées à des mesurages spectrophotométriques effectués avec un parcours optique de 2 cm.

Dans une série de cinq capsules en platine (5.6) introduire les volumes de la solution étalon de bore (4.7) indiquées dans le tableau suivant :

Solution étalon de bore (4.7)	Masse correspondante de B ₂ O ₃
ml	µg
0 *	0
1,0	0,8
4,0	3,2
8,0	6,4
12,0	9,6

* solution de compensation

Ajouter, dans chaque capsule, 3,0 ml de la solution alcaline de glycérol (4.4).

NOTE 1 — Lorsque 4 ml de la solution alcaline de glycérol (4.4) sont utilisés pour le dosage (voir 6.4.2), utiliser ce même volume pour l'établissement de la courbe d'étalonnage et pour l'essai à blanc.

Chauffer les capsules sur le bain d'eau (5.3) jusqu'à élimination complète de l'eau. Chauffer ensuite les capsules à 130 °C, dans une étuve électrique, jusqu'à séchage du résidu.

Ajouter, dans chaque capsule, 5,0 ml de la solution réactive de curcumine (4.5), en faisant couler le liquide le long de la paroi des capsules.

Pour développer la coloration, chauffer sur le bain d'eau (5.3) jusqu'à évaporation totale de la solution, en contrôlant avec le thermomètre (5.4) que la température du bain d'eau est de 55 ± 1 °C.

Après évaporation, chauffer encore durant 20 min.

NOTE 2 – Puisque la réaction chromogène est influencée par les conditions d'humidité de l'atmosphère au-dessus des capsules, le niveau de l'eau dans le bain (5.3) est automatiquement maintenu à 15 cm au-dessous du bord. Placer les capsules à une distance, l'une de l'autre, environ égale au diamètre des capsules.

Retirer les capsules du bain et les laisser refroidir dans un dessiccateur.

Dissoudre le résidu avec 25 ml d'éthanol (4.3) en agitant avec la baguette en matière plastique (5.5). Transvaser quantitativement les solutions dans des fioles jaugées de 50 ml, compléter au volume avec l'éthanol (4.3) et homogénéiser. Filtrer les solutions sur un filtre en papier à texture serrée sec, en recevant les filtrats dans des cuves sèches de 2 cm de parcours optique.

Établir une nouvelle courbe d'étalonnage chaque fois qu'on prépare une nouvelle solution réactive de curcumine (4.5).

6.3.2 Mesurages spectrophotométriques

Effectuer les mesurages en employant le spectrophotomètre (5.8) à une longueur d'onde aux environs de 550 nm, après avoir ajusté l'appareil au zéro d'absorbance par rapport à la solution de compensation.

6.3.3 Tracé de la courbe d'étalonnage

Tracer un graphique en portant, par exemple, sur l'axe des abscisses les valeurs exprimées en milligrammes des masses de B_2O_3 contenues dans 50 ml de solution témoin, et sur l'axe des ordonnées les valeurs correspondantes de l'absorbance.

6.4 Dosage

6.4.1 Préparation de la solution d'essai

Introduire la prise d'essai (6.1) dans le ballon à distiller (5.1.1), et ajouter 20,0 ml de la solution d'acide phosphorique (4.1). Introduire un barreau de fer, revêtu de matière plastique, d'un agitateur magnétique. Mettre en place le tube de protection (5.1.2) (voir figure 1), pour assurer que la solution ne soit pas contaminée au cours de la mise en solution de la prise d'essai. Chauffer avec précaution, en agitant la solution jusqu'à complète dissolution de la prise d'essai. Laisser refroidir à une température comprise entre 50 et 60 °C, et remplacer le tube de protection par le raccord (5.1.3). Mettre en place l'entonnoir cylindrique (5.1.4), le raccord (5.1.5) et le réfrigérant (5.1.6) (voir figure 2). Ajouter, à travers l'entonnoir (5.1.4), 35,0 ml de méthanol (4.2), homogénéiser avec soin, et repérer le niveau de la solution dans le ballon à distiller (5.1.1).

6.4.2 Distillation

Introduire dans le bécher en quartz (5.2) 3,0 ml de la solution alcaline de glycérol (4.4), 1 à 3 gouttes de la solution de bleu de thymol (4.8) et 35,0 ml d'eau. Placer le bécher de telle manière que l'extrémité inférieure du réfrigérant (5.1.6) plonge dans cette solution d'absorption.

Chauffer le ballon contenant la solution d'essai (6.4.1) à 100 °C en employant le bain au glycérol ou à l'huile de silicone (5.7). Ajouter à travers l'entonnoir (5.1.4) 55,0 ml de méthanol (4.2) par portions de 10 ml, la dernière étant de 15 ml. Après chaque ajout, homogénéiser la solution en rapprochant l'agitateur magnétique sans enlever le ballon du bain chauffant et distiller jusqu'au niveau repéré sur le ballon. Lorsque le méthanol est complètement distillé, faire monter la température jusqu'à 120 - 130 °C.

La coloration dans le bécher ne doit jamais virer au jaune; si c'est le cas, ajouter, en plus, 1 ml de la solution alcaline de glycérol (4.4). (voir 6.3.1, Note 1). Rincer le réfrigérant (5.1.6) avec de l'eau et recueillir les eaux de lavage dans le distillat. Le volume total de l'eau ajoutée doit être au moins égal à la moitié du volume de méthanol distillé.

6.4.3 Réaction colorée

Transvaser quantitativement le contenu du bécher dans une capsule en platine (5.6), chauffer avec précaution sur le bain d'eau (5.3) réglé à 55 ± 1 °C jusqu'à élimination complète de l'eau. Chauffer ensuite la capsule dans une étuve électrique à 130 °C, jusqu'à séchage du résidu, et finalement la chauffer dans un four électrique, jusqu'à la température de 600 °C pour éliminer le bleu de thymol. Maintenir à cette température le temps nécessaire pour avoir un résidu parfaitement blanc. Si le résidu commence à fondre ou ne forme pas une couche uniformément distribuée sur le fond de la capsule, le dissoudre à nouveau avec un peu d'eau, et ramener à nouveau à sec, en suivant le mode opératoire déjà décrit.

Ajouter, dans la capsule, 5,0 ml de la solution réactive de curcumine (4.5) en faisant couler le liquide le long des parois de la capsule. Pour développer la coloration, chauffer sur le bain d'eau (5.3) jusqu'à évaporation totale de la solution, en contrôlant avec le thermomètre (5.4) que la température du bain d'eau soit de 55 ± 1 °C. Après évaporation, chauffer encore 20 min. Retirer la capsule du bain et la laisser refroidir dans un dessiccateur.

Dissoudre le résidu avec 25 ml d'éthanol (4.3) en agitant avec la baguette en matière plastique (5.5). Transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 50 ml, compléter au volume avec l'éthanol (4.3) et homogénéiser. Filtrer la solution sur un filtre en papier à texture serrée sec, en recevant le filtrat dans une cuve sèche de 2 cm de parcours optique.

6.4.4 Mesurage spectrophotométrique

Effectuer le mesurage spectrophotométrique en employant le spectrophotomètre (5.8) à une longueur d'onde aux environs de 550 nm, après avoir ajusté l'appareil au zéro d'absorbance par rapport à la solution de l'essai à blanc.

7 EXPRESSION DES RÉSULTATS

Au moyen de la courbe d'étalonnage (6.3.3), déterminer la masse d'oxyde de bore correspondant à la valeur de la mesure spectrophotométrique.

La teneur en oxyde de bore (B_2O_3) est donnée, en pourcentage en masse, par la formule

$$m \times \frac{100}{1\ 000} = \frac{m}{10}$$

où m est la masse, en milligrammes, de B_2O_3 trouvé dans la solution d'essai.

8 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 le document auquel il est fait référence, ou facultatives.

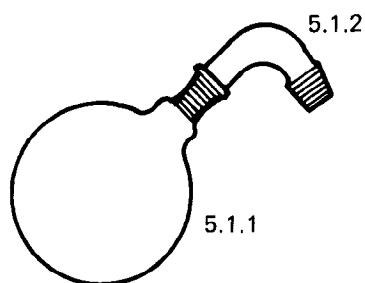


FIGURE 1 – Assemblage pour la mise en solution de la prise d'essai

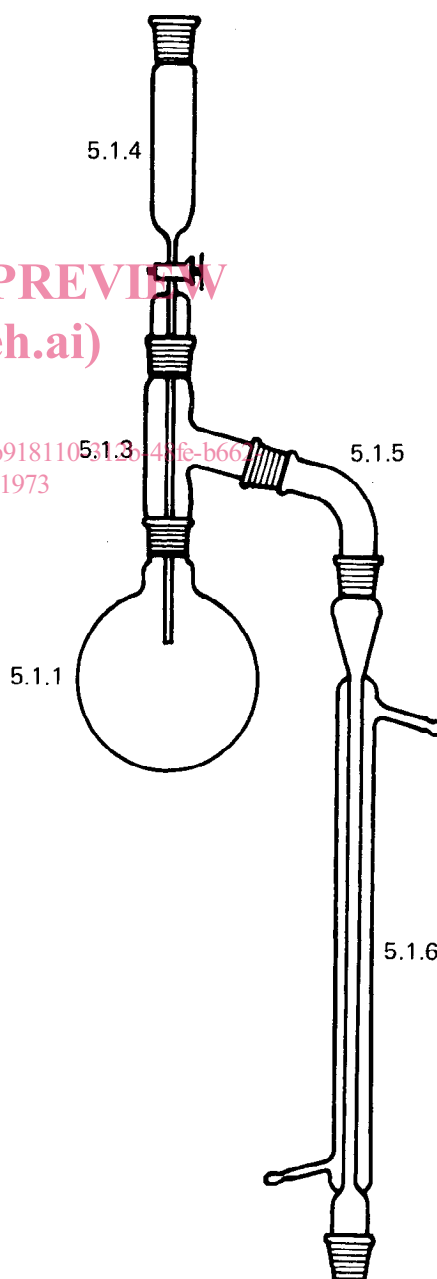


FIGURE 2 – Assemblage pour la distillation

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2865:1973

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/db918110511341fe-b66250e6ab5e7ef/iso-2865-1973>

Dimensions en millimètres

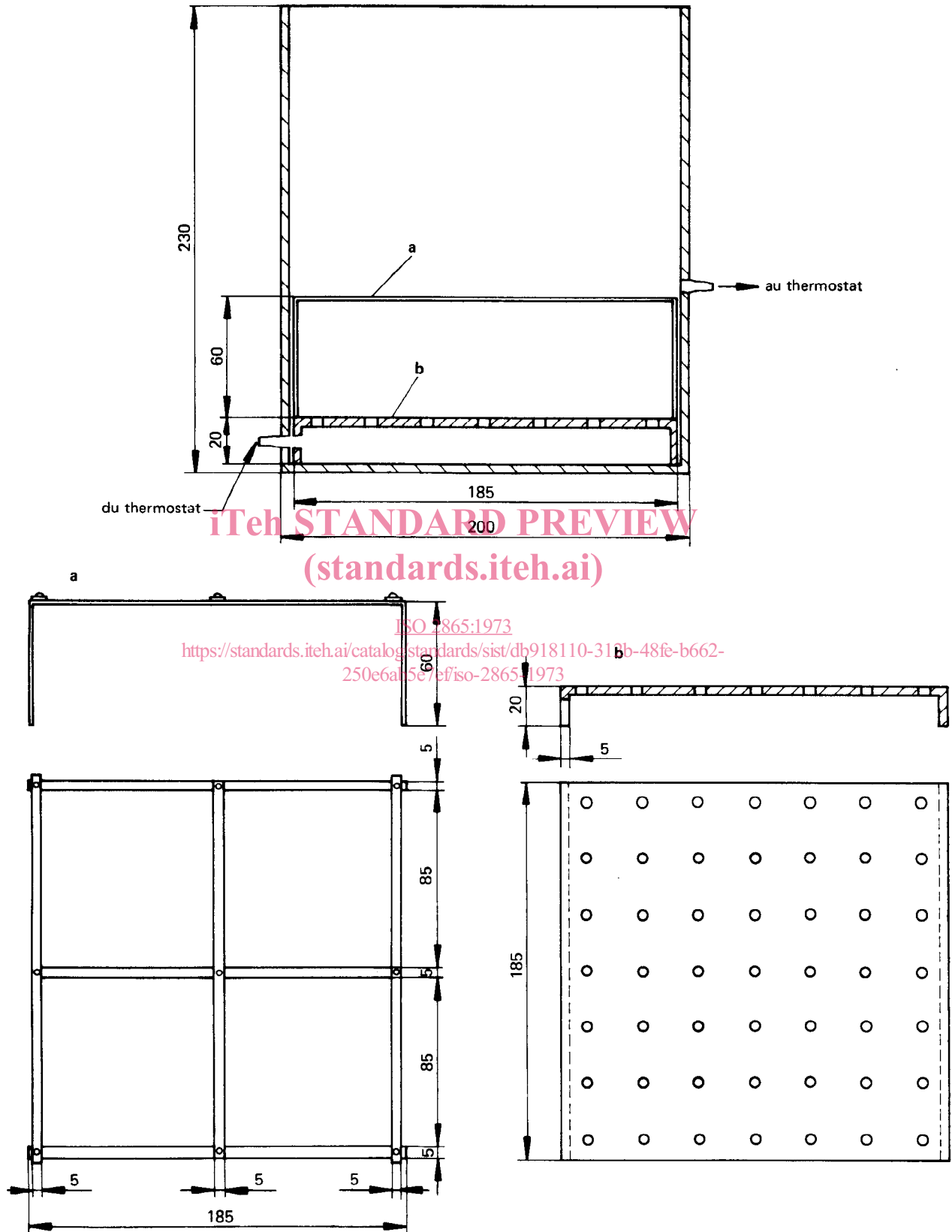


FIGURE 3 – Bain d'eau

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2865:1973

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/db918110-312b-48fe-b662-250e6ab5e7ef/iso-2865-1973>