

---

**NORME INTERNATIONALE**



**3119**

---

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

---

**Acide borique, oxyde borique et tétraborates disodiques  
à usage industriel — Dosage du chrome — Méthode  
photométrique à la diphénylcarbazine**

*Boric acid, boric oxide and disodium tetraborates for industrial use — Determination of chromium content —  
Diphenylcarbazide photometric method*

Première édition — 1976-04-01

**(standards.iteh.ai)**

[ISO 3119:1976](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/902fe3a9-25c7-43ea-b423-69f24131402a/iso-3119-1976)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/902fe3a9-25c7-43ea-b423-69f24131402a/iso-3119-1976>

---

CDU 661.651/652 : 546.76 : 543.42

Réf. n° : ISO 3119-1976 (F)

**Descripteurs** : acide borique, oxyde borique, tétraborate de sodium, analyse chimique, dosage, chrome, méthode photométrique, diphénylcarbazine.

Prix basé sur 3 pages

## AVANT-PROPOS

L'ISO (Organisation Internationale de Normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (Comités Membres ISO). L'élaboration des 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 3119 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 47, *Chimie*, et soumise aux Comités Membres en avril 1973.

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

Afrique du Sud, Rép. d'  
Allemagne  
Australie  
Autriche  
Belgique  
Bulgarie  
Égypte, Rép. arabe d'  
Espagne

France  
Hongrie  
Inde  
Irlande  
Israël  
Italie  
Nouvelle-Zélande  
Pays-Bas

ISO 3119:1976

Pologne

Roumanie

Royaume-Uni

Suisse

Tchécoslovaquie

Thaïlande

Turquie

U.R.S.S.

Aucun Comité Membre n'a désapprouvé le document.

# Acide borique, oxyde borique et tétraborates disodiques à usage industriel — Dosage du chrome — Méthode photométrique à la diphénylcarbazine

## 1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie une méthode photométrique à la diphénylcarbazine pour le dosage du chrome dans l'acide borique, l'oxyde borique et les tétraborates disodiques à usage industriel.

## 2 PRINCIPE

Fusion d'une prise d'essai avec du carbonate de sodium, suivie d'une neutralisation à l'acide sulfurique. Mesurage de l'absorbance à une longueur d'onde aux environs de 540 nm du complexe formé par le chrome avec la diphénylcarbazine, de l'azoture de sodium étant ajouté pour détruire toute coloration due au manganèse présent dans l'échantillon.

## 3 RÉACTIFS

Au cours de l'analyse, n'utiliser que des réactifs de qualité analytique reconnue, et que de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

### 3.1 Persulfate d'ammonium.

### 3.2 Carbonate de sodium anhydre.

### 3.3 Acide sulfurique, $\rho$ 1,84 g/ml environ, solution à 96 % (m/m) environ, solution diluée en volume à 1 + 1.

### 3.4 Acide phosphorique, $\rho$ 1,70 g/ml environ, solution à 85 % (m/m) environ, solution diluée en volume à 1 + 1.

### 3.5 Diphénylcarbazine, solution à 2 g/l.

Dissoudre 0,2 g de diphénylcarbazine — point de fusion  $175 \pm 3$  °C, coefficient molaire d'absorbance du complexe avec le chrome ( $\text{CrO}_4$ ) 42 000 environ — dans 10 ml d'acide acétique cristallisable ( $\rho$  1,05 g/ml), solution 17,4 N environ, et diluer à 100 ml avec de l'eau.

Préparer cette solution au moment de l'emploi.

### 3.6 Nitrate d'argent, solution à 25 g/l.

### 3.7 Azoture de sodium, solution à 50 g/l.

### 3.8 Chrome, solution étalon correspondant à 0,10 g de Cr par litre.

Dissoudre 0,282 9 g de dichromate de potassium, préalablement séché à 105 °C et refroidi en dessiccateur, dans l'eau, ajouter 0,2 g du carbonate de sodium (3.2) et compléter au volume dans une fiole jaugée de 1 000 ml.

1 ml de cette solution étalon contient 100  $\mu\text{g}$  de Cr.

### 3.9 Chrome, solution étalon correspondant à 0,001 0 g de Cr par litre.

Compléter au volume 10,0 ml de la solution étalon de chrome (3.8) dans une fiole jaugée de 1 000 ml.

1 ml de cette solution étalon contient 1  $\mu\text{g}$  de Cr.

## 4 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et

### 4.1 Capsule en platine, de capacité 100 ml environ, munie d'un couvercle en platine.

### 4.2 Spectrophotomètre, muni de cuves de 4 cm de parcours optique, ou

### 4.3 Électrophotomètre, muni des mêmes cuves et de filtres assurant un maximum de transmission aux environs de 540 nm.

### 4.4 pH-mètre.

## 5 MODE OPÉRATOIRE

### 5.1 Prise d'essai

Peser, à 0,01 g près, dans la capsule en platine (4.1), 2 g environ de l'échantillon pour essai.

### 5.2 Essai à blanc

Effectuer, parallèlement au dosage et en suivant le même mode opératoire, un essai à blanc en employant les mêmes quantités de tous les réactifs que celles utilisées pour le dosage.

### 5.3 Établissement de la courbe d'étalonnage

5.3.1 Préparation des solutions témoins, se rapportant à des mesurages photométriques effectués en cuves de 4 cm de parcours optique.

Dans une série de six fioles jaugées de 100 ml, introduire les volumes de la solution étalon de chrome (3.9) indiqués dans le tableau suivant et diluer à 50 ml environ avec de l'eau.

Solution étalon de chrome (3.9)	Masse correspondante de chrome
ml	µg
0*	0
1,0	1
5,0	5
10,0	10
15,0	15
20,0	20

\* Essai à blanc des réactifs de la courbe d'étalonnage.

Ajouter, dans chacune des fioles, 1 ml de la solution d'acide sulfurique (3.3), 1 ml de la solution d'acide phosphorique (3.4) et 2 ml de la solution de diphénylcarbazide (3.5). Compléter au volume, homogénéiser et laisser reposer durant 2 min.

### 5.3.2 Mesures photométriques

À l'aide du spectrophotomètre (4.2) réglé à une longueur d'onde aux environs de 540 nm, ou de l'électrophotomètre (4.3) muni de filtres appropriés, mesurer l'absorbance de chaque solution après avoir ajusté l'appareil au zéro d'absorbance par rapport à l'eau. Soustraire l'absorbance de l'essai à blanc des réactifs de la courbe d'étalonnage, de celles des solutions témoins.

### 5.3.3 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 chrome (Cr) contenues dans 100 ml de solution témoin (5.3.1) et, sur l'axe des ordonnées, les valeurs correspondantes des absorbances mesurées.

## 5.4 Dosage

### 5.4.1 Préparation de la solution d'essai

Dans la capsule en platine (4.1) contenant la prise d'essai (5.1), ajouter 1 g du carbonate de sodium (3.2), mélanger, couvrir la capsule avec son couvercle, chauffer le contenu avec précaution et maintenir juste au point de fusion jusqu'à l'obtention d'une masse fondue limpide. Refroidir et bien faire digérer la masse fondue avec 50 ml d'eau chaude. Transvaser quantitativement la solution dans un bécher de capacité convenable.

Ajuster le pH entre 6 et 7 par addition de la solution d'acide sulfurique (3.3), en utilisant le pH-mètre (4.4).

Faire bouillir doucement pour éliminer le dioxyde de carbone.

Refroidir la solution et ajouter encore 1 ml de la solution d'acide sulfurique (3.3) et 1 ml de la solution d'acide phosphorique (3.4). Ajouter 1 ml de la solution de nitrate d'argent (3.6), puis 1 g du persulfate d'ammonium (3.1). Amener lentement la solution à l'ébullition, et faire bouillir doucement jusqu'à ce que le persulfate d'ammonium soit décomposé et que le dégagement d'oxygène cesse.

Filter sur un creuset à plaque en verre fritté, de porosité P16 (diamètre des pores compris entre 10 et 16 µm), si un précipité de chlorure d'argent apparaît à ce stade.

Transférer le bécher et son contenu sur un bain d'eau et maintenir à  $70 \pm 5$  °C. Si l'on enregistre, à ce stade, une coloration due à la présence de permanganate (provenant du manganèse initialement présent dans la prise d'essai), ajouter, goutte à goutte, de la solution d'azoture de sodium (3.7), tout en remuant doucement le bécher sur le bain d'eau, jusqu'à disparition de toute coloration due au permanganate.

### 5.4.2 Développement de la coloration

Laisser la solution refroidir, transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 100 ml, ajouter 2 ml de la solution de diphénylcarbazide (3.5), compléter au volume, homogénéiser et laisser reposer durant 2 min.

### 5.4.3 Mesures photométriques

Effectuer les mesures photométriques de la solution d'essai et de celle de l'essai à blanc, comme il est spécifié en 5.3.2, après avoir ajusté l'appareil au zéro d'absorbance par rapport à l'eau.

## 6 EXPRESSION DES RÉSULTATS

Au moyen de la courbe d'étalonnage (5.3.3), déterminer les masses de chrome correspondant aux absorbances de la solution d'essai et de celle de l'essai à blanc.

La teneur en chrome, exprimée en milligrammes de Cr par kilogramme, 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 (5.1);

$m_1$  est la masse, en microgrammes, de chrome trouvée dans la solution d'essai;

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

## 7 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

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

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

## ANNEXE

**PUBLICATIONS ISO RELATIVES (A) À L'ACIDE BORIQUE, (B) À L'OXYDE BORIQUE,  
(C) AUX TÉTRABORATES DISODIQUES, (D) AUX PERBORATES DE SODIUM, ET  
(E) AUX BORATES DE SODIUM BRUTS, À USAGE INDUSTRIEL**

**Applicabilité**

- A** ISO 1914 – Détermination du titre en acide borique – Méthode volumétrique.
- B** ISO 1915 – Détermination du titre en oxyde borique – Méthode volumétrique.
- C** ISO 1916 – Détermination des teneurs en oxyde de sodium et en oxyde borique et de la perte au feu.
- D** ISO 1917 – Détermination des teneurs en oxyde de sodium, en oxyde borique et en oxygène actif – Méthodes volumétriques.
- A B C E** ISO 1918 – Dosage des composés soufrés – Méthode volumétrique.
- A B C** ISO 2214 – Dosage du manganèse – Méthode photométrique à l'oxime de formaldéhyde.
- A B C** ISO 2215 – Dosage du cuivre – Méthode photométrique au dibenzylidithiocarbamate de zinc.
- E** ISO 2216 – Dosage de l'oxyde de sodium et de l'oxyde borique – Méthode volumétrique.
- E** ISO 2217 – Détermination des matières insolubles en milieu alcalin, et préparation des solutions d'essai.
- E** ISO 2218 – Détermination de la perte de masse après chauffage à 900 °C.
- E** ISO 2760 – Dosage de l'aluminium total – Méthode titrimétrique.
- E** ISO 2761 – Dosage du titane total – Méthode photométrique.
- D** ISO 3118 – Analyse granulométrique par tamisage mécanique.
- A B C** ISO 3119 – Dosage du chrome – Méthode photométrique à la diphenylcarbazide.
- C E** ISO 3120 – Dosage de l'eau – Méthode gravimétrique.
- A B C** ISO 3121 – Dosage des chlorures – Méthode mercurimétrique.
- A B C D E** ISO 3122 – Dosage du fer – Méthode photométrique au bipyridyle-2,2'.
- D** ISO 3123 – Détermination de la vitesse de dissolution – Méthode conductimétrique.
- E** ISO 3124 – Dosage du fer soluble en milieu alcalin – Méthode photométrique au bipyridyle-2,2'.
- E** ISO 3125 – Dosage de l'aluminium soluble en milieu alcalin – Méthode titrimétrique à l'EDTA.
- D** ISO 3424 – Détermination de la masse volumique apparente.

Page blanche

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

ISO 3119:1976

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/902fe3a9-25c7-43ea-b423-69f24131402a/iso-3119-1976>

Page blanche

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

ISO 3119:1976

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/902fe3a9-25c7-43ea-b423-69f24131402a/iso-3119-1976>

Page blanche

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

ISO 3119:1976

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/902fe3a9-25c7-43ea-b423-69f24131402a/iso-3119-1976>