



## Acide borique, oxyde borique et tétraborates disodiques à usage industriel — Dosage des chlorures — Méthode mercurimétrique

*Boric acid, boric oxide and disodium tetraborates for industrial use — Determination of  
chloride content — Mercurimetric method*

Première édition — 1976-04-01

(standards.iteh.ai)

[ISO 3121:1976](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3cec03f7-e25a-44b4-8a66-0d426dbb7090/iso-3121-1976)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3cec03f7-e25a-44b4-8a66-0d426dbb7090/iso-3121-1976>

## 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 3121 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'	Hongrie	Royaume-Uni
Allemagne	Inde	Suisse
Autriche	Irlande	Tchécoslovaquie
Belgique	Israël	Thaïlande
Bulgarie	Italie	Turquie
Égypte, Rép. arabe d'	Nouvelle-Zélande	U.R.S.S.
Espagne	Pays-Bas	
France	Pologne	

Aucun Comité Membre n'a désapprouvé le document.

# Acide borique, oxyde borique et tétraborates disodiques à usage industriel – Dosage des chlorures – Méthode mercurimétrique

## 1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie une méthode de titrage mercurimétrique pour le dosage des chlorures dans l'oxyde borique, l'acide borique et les tétraborates disodiques à usage industriel.

## 2 PRINCIPE

Titration de l'ion  $\text{Cl}^-$  à l'aide d'une solution titrée de nitrate de mercure(II), en présence de diphénylcarbazonne comme indicateur.

## 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 Acide nitrique**,  $\rho$  1,40 g/ml environ, solution à 68 % (m/m) ou 14 N environ, dont la teneur en chlorures, exprimée en chlore, n'est pas supérieure à 1 mg/kg.

**3.2 Acide nitrique**, solution 2 N environ.

**3.3 Hydroxyde de sodium**, solution 2 N environ.

**3.4 Chlorure de sodium**, solution étalon de référence 0,05 N.

Peser, à 0,000 1 g près, 2,922 1 g de chlorure de sodium, préalablement chauffé durant 1 h à 500 °C et refroidi en dessiccateur. Les placer dans un bécher, les dissoudre dans de l'eau, transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser.

### 3.5 Témoin de virage

Introduire, dans une fiole conique de 500 ml, 350 ml d'eau, 3 gouttes de la solution de bleu de bromophénol (3.7), et de la solution d'acide nitrique (3.2), ajoutée, goutte à goutte, jusqu'à virage du bleu au jaune. Ajouter un excès de 3 gouttes de cet acide, 0,5 à 1,0 ml de la solution de diphénylcarbazonne (3.8) et le volume de la solution titrée de nitrate de mercure(II) (3.6), contenue dans une burette, nécessaire pour faire virer la solution du jaune au mauve (soit 2 gouttes).

Préparer ce témoin au moment de l'emploi.

**3.6 Nitrate de mercure(II)**, solution titrée 0,05 N.

### 3.6.1 Préparation de la solution

Dissoudre  $5,43 \pm 0,01$  g d'oxyde de mercure(II) ( $\text{HgO}$ ) dans 10 ml de la solution d'acide nitrique (3.1), dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser.

Étalonner cette solution en suivant le mode opératoire spécifié en 3.6.2.

### 3.6.2 Étalonnage de la solution

Introduire, dans une fiole conique de 500 ml, à l'aide d'une pipette, 40,0 ml de la solution étalon de référence de chlorure de sodium (3.4). Ajouter 160 ml d'eau et 3 gouttes de la solution de bleu de bromophénol (3.7). Ajouter la solution d'acide nitrique (3.2), goutte à goutte, jusqu'à virage de l'indicateur du bleu au jaune.

Ajouter un excès de 3 gouttes de cette solution d'acide nitrique, puis un volume de la solution de diphénylcarbazonne (3.8) identique à celui qui est introduit dans le témoin de virage (3.5).

Titrer avec la solution de nitrate de mercure(II) à étalonner (3.6.1) jusqu'à l'égalité des teintes mauves avec le témoin de virage (3.5) et décompter le volume de la solution de nitrate de mercure(II) (3.6.1) introduit lors de la préparation de ce témoin de virage (soit 2 gouttes).

Le volume est 40,0 ml si la solution titrée (3.6) est exactement 0,05 N.

**3.7 Bleu de bromophénol**, solution éthanolique à 1 g/l.

Dissoudre 0,1 g de bleu de bromophénol dans 100 ml d'éthanol à 95 % (V/V).

**3.8 Diphénylcarbazonne**, solution éthanolique à 5 g/l.

Dissoudre 0,5 g de diphénylcarbazonne dans 100 ml d'éthanol à 95 % (V/V).

Conserver cette solution au réfrigérateur et la remplacer lorsqu'elle ne donne plus un virage suffisamment net.

## 4 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire.

## 5 MODE OPÉRATOIRE

### 5.1 Prise d'essai

Dans une fiole conique de 500 ml, peser, à 0,01 g près, 10 g environ de l'échantillon pour essai.

### 5.2 Dosage

Ajouter 350 ml d'eau à la prise d'essai (5.1) et agiter pour la dissoudre. Ajouter 3 gouttes de la solution de bleu de bromophénol (3.7), puis la solution d'acide nitrique (3.1) jusqu'à virage de l'indicateur du bleu au jaune.

Ajouter la solution d'hydroxyde de sodium (3.3) jusqu'à ce que la solution redevienne bleue.

Ajouter enfin, goutte à goutte, la solution d'acide nitrique (3.2) jusqu'à virage de l'indicateur du bleu au jaune.

Ajouter un excès de 3 gouttes de cette solution d'acide nitrique, puis un volume de la solution de diphénylcarbazon (3.8) identique à celui qui est introduit dans le témoin de virage (3.5). Titrer avec la solution titrée de nitrate de mercure(II) (3.6) jusqu'à l'égalité des teintes mauves avec le témoin de virage (3.5).

## 6 EXPRESSION DES RÉSULTATS

La teneur en chlorures, exprimée en milligrammes de chlore (Cl) par kilogramme, est donnée par la formule

$$(V_0 - V_1) \times 1\,000 \times \frac{1\,000}{m} \times 0,001\,773 = \frac{1\,773 (V_0 - V_1)}{m}$$

où

$V_0$  est le volume, en millilitres, de la solution titrée de nitrate de mercure(II) (3.6) utilisé pour le titrage;

$V_1$  est le volume, en millilitres, de la solution titrée de nitrate de mercure(II) (3.6) utilisé pour le témoin de virage (3.5);

$m$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai (5.1);

0,001 773 est la masse, en grammes, de chlore correspondant à 1 ml de solution titrée de nitrate de mercure(II) exactement 0,05 N.

NOTE — Si la solution titrée employée n'a pas exactement la concentration prévue dans la liste des réactifs, une correction appropriée doit être appliquée.

## 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 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 diphénylcarbazide.
- 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 3121:1976

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3cec03f7-e25a-44b4-8a66-0d426dbb7090/iso-3121-1976>

Page blanche

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

ISO 3121:1976

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3cec03f7-e25a-44b4-8a66-0d426dbb7090/iso-3121-1976>

Page blanche

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

ISO 3121:1976

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3cec03f7-e25a-44b4-8a66-0d426dbb7090/iso-3121-1976>