

---

# NORME INTERNATIONALE



# 3122

---

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

---

## Acide borique, oxyde borique, tétraborates disodiques, perborates de sodium et borates de sodium bruts à usage industriel – Dosage du fer – Méthode photométrique au bipyridyle-2,2'

iTeh STANDARD PREVIEW

*Boric acid, boric oxide, disodium tetraborates, sodium perborates and crude sodium borates for industrial use – Determination of iron content – 2,2'-Bipyridyl photometric method*

Première édition – 1976-04-01

ISO 3122:1976

<https://standards.itih.ai/catalog/standards/sist/6f6780c1-4951-4af7-987a-8d678d413111/iso-3122-1976>

---

CDU 661.651/.652 : 546.72 : 543.42

Réf. n° : ISO 3122-1976 (F)

**Descripteurs** : acide borique, oxyde borique, borate de sodium, tétraborate de sodium, perborate de sodium, analyse chimique, dosage, fer, méthode photométrique, bipyridyle-2,2'.

Prix basé sur 4 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 3122 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 47, *Chimie*, et soumise aux Comités Membres en avril 1973.

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

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

Afrique du Sud, Rép. d'	Hongrie	<a href="http://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6f6780c1-4951-4af7-987a-8d678d715111/iso-3122-1976">ISO 3122:1976</a>
Allemagne	Inde	Royaume-Uni
Autriche	Irlande	Suisse
Belgique	Israël	Tchécoslovaquie
Bulgarie	Italie	Thaïlande
Égypte, Rép. arabe d'	Nouvelle-Zélande	Turquie
Espagne	Pologne	U.R.S.S.
France	Roumanie	

Aucun Comité Membre n'a désapprouvé le document.

# Acide borique, oxyde borique, tétraborates disodiques, perborates de sodium et borates de sodium bruts à usage industriel – Dosage du fer – Méthode photométrique au bipyridyle-2,2'

## 1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie une méthode photométrique au bipyridyle-2,2' pour le dosage du fer dans l'acide borique, l'oxyde borique, les tétraborates disodiques, le perborate de sodium et les borates de sodium bruts à usage industriel.

## 2 PRINCIPE

Réduction préalable du fer trivalent par le chlorure d'hydroxylammonium, suppression, si nécessaire, de l'interférence de l'étain par l'acide oxalique, formation du complexe coloré entre le fer bivalent et le bipyridyle-2,2' en milieu tamponné. Mesurage photométrique du complexe coloré à une longueur d'onde aux environs de 522 nm.

## 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 Carbonate de sodium** anhydre (uniquement pour l'essai concernant les borates de sodium bruts).

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

**3.3 Acide chlorhydrique**, solution 2 N environ.

**3.4 Acide oxalique**, solution à 5 g/l.

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

**3.6 Iodure de potassium**, solution à 50 g/l (uniquement pour l'essai concernant les perborates de sodium).

**3.7 Acétate de sodium** anhydre, solution à 300 g/l.

**3.8 Sulfite de sodium**, solution à 50 g/l (uniquement pour l'essai concernant les perborates de sodium).

**3.9 Bipyridyle-2,2'**, solution acide à 5 g/l.

Dissoudre 0,5 g de bipyridyle-2,2' dans 10 ml de la solution d'acide chlorhydrique (3.2), diluer à 100 ml et homogénéiser.

**3.10 Fer**, solution étalon correspondant à 1,00 g de Fe par litre.

Peser, à 0,001 g près, 7,022 g de sulfate double d'ammonium et de fer(II) hexahydraté, les dissoudre dans 100 ml d'une solution d'acide sulfurique 2 N environ, compléter à 1 000 ml dans une fiole jaugée et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 1,0 mg de Fe.

**3.11 Fer**, solution étalon correspondant à 0,010 g de Fe par litre.

Introduire dans une fiole jaugée de 1 000 ml, 10,0 ml de la solution étalon de fer (3.10), compléter au volume et homogénéiser.

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

Préparer cette solution au moment de l'emploi.

**3.12 Papier indicateur**, intervalle de pH 4 à 6.

## 4 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et

**4.1 Creuset en platine**, de diamètre 35 mm et de hauteur 40 mm, muni d'un couvercle en platine (uniquement pour l'essai concernant les borates de sodium bruts).

**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 522 nm.

## 5 MODE OPÉRATOIRE

### 5.1 Prise d'essai

**5.1.1 Acide borique, oxyde borique et tétraborates disodiques**

Peser, à 0,01 g près, 4,0 g de l'échantillon pour essai.

**5.1.2 Perborates de sodium**

Peser, à 0,01 g près, une quantité de l'échantillon pour essai correspondant à 4,0 g de  $\text{NaBO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ .

**5.1.3 Borates de sodium bruts**

Peser, à 0,001 g près, 0,5 g de l'échantillon pour essai, directement dans le creuset en platine (4.1).

NOTE – Pour les prises d'essai contenant 100 à 500 µg de fer, voir note au chapitre 6.

**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 béchers de 150 ml contenant 10 ml de la solution d'acide chlorhydrique (3.3), introduire les volumes de la solution étalon de fer (3.11) indiqués dans le tableau suivant et diluer à 60 ml environ.

Solution étalon de fer (3.11)	Masse correspondante de fer
ml	µg
0*	0
2,0	20
4,0	40
6,0	60
8,0	80
10,0	100

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

**5.3.2 Développement de la coloration**

Traiter le contenu de chaque bécher de la façon suivante :

Ajouter 2 ml de la solution de chlorure d'hydroxyl-ammonium (3.5) et porter à l'ébullition sur une plaque chauffante.

Ajouter 1 ml de la solution d'acide oxalique (3.4), continuer à faire bouillir doucement durant 3 min, puis refroidir entre 50 et 60 °C. Ce traitement peut être omis si l'on est certain de l'absence d'étain.

Ajouter 10 ml de la solution d'acétate de sodium (3.7) et refroidir à 20 °C.

Ajouter 2 ml de la solution de bipyridyle-2,2' (3.9), homogénéiser et, par addition, goutte à goutte, soit de la solution d'acétate de sodium (3.7), soit de la solution d'acide chlorhydrique (3.3), ajuster le pH entre 4 et 6 en contrôlant à l'aide du papier indicateur (3.12), par essai à la touche.

Transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 100 ml, compléter au volume, homogénéiser et laisser reposer durant 5 min.

Si la solution n'est pas parfaitement limpide, la filtrer à travers un papier filtre sec, lavé à l'acide et exempt de fer, ou à travers d'autres moyens filtrants convenables, exempts de fer, en recevant le filtrat dans un récipient sec.

**5.3.3 Mesures photométriques**

À l'aide du spectrophotomètre (4.2) réglé à une longueur d'onde aux environs de 522 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.

**5.3.4 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 fer (Fe) contenues dans 100 ml de solution témoin (5.3.1) et, sur l'axe des ordonnées, les valeurs nettes correspondantes des absorbances mesurées.

**5.4 Dosage**

**5.4.1 Préparation des solutions d'essai**

**5.4.1.1 ACIDE BORIQUE, OXYDE BORIQUE ET TÉTRABORATES DISODIQUES**

Transférer la prise d'essai (5.1.1) dans un bécher de 150 ml, ajouter 20 ml d'eau, et le porter sur un bain d'eau bouillante.

Après 5 min, ajouter 20 ml de la solution d'acide chlorhydrique (3.2) et faire évaporer jusqu'à siccité.

Ajouter 10 ml de la solution d'acide chlorhydrique (3.3) et diluer à 60 ml environ.

**5.4.1.2 PERBORATES DE SODIUM**

Transférer la prise d'essai (5.1.2) dans un bécher de 250 ml, ajouter 20 ml d'eau et 1 ml de la solution d'iodure de potassium (3.6).

Chauffer doucement la solution jusqu'à cessation du dégagement de gaz (normalement, 5 min environ). Ajouter 20 ml de la solution d'acide chlorhydrique (3.2), placer sur un bain d'eau bouillante et faire évaporer jusqu'à siccité.

Ajouter 10 ml de la solution d'acide chlorhydrique (3.3), diluer à 60 ml environ et ajouter 0,2 ml de la solution de sulfite de sodium (3.8).

**5.4.1.3 BORATES DE SODIUM BRUTS**

Ajouter 1 g du carbonate de sodium (3.1) dans le creuset en platine contenant la prise d'essai (5.1.3), homogénéiser et couvrir le creuset avec son couvercle. Chauffer avec

précaution le contenu, maintenir juste au point de fusion jusqu'à l'obtention d'une masse fondue limpide, puis refroidir à la température ambiante.

Mélanger 25 ml de la solution d'acide chlorhydrique (3.2) avec 50 ml d'eau. Utiliser avec précaution ce mélange pour digérer la masse fondue, transvaser quantitativement le contenu du creuset dans un bécher de 250 ml.

Faire évaporer la solution jusqu'à siccité sur un bain d'eau bouillante.

Ajouter 100 ml de la solution d'acide chlorhydrique (3.3) et 100 ml d'eau, chauffer jusqu'à 30 à 40 °C pour dissoudre les matières solides et transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 500 ml. Refroidir à 20 °C, compléter au volume et homogénéiser.

Placer 50,0 ml de cette solution diluée dans un bécher de 150 ml contenant 10 ml d'eau.

NOTE — Dans la préparation de ces solutions, une évaporation soigneusement contrôlée pour diminuer le volume peut être effectuée sur une plaque chauffante avant le transfert sur le bain d'eau bouillante.

#### 5.4.2 Développement de la coloration

Procéder comme il est spécifié en 5.3.2.

#### 5.4.3 Mesures photométriques

Effectuer les mesurages photométriques de la solution d'essai et de celle de l'essai à blanc, comme il est spécifié en 5.3.3, 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 (5.3.4), déterminer les masses de fer correspondant aux absorbances de la solution d'essai et de celle de l'essai à blanc.

La teneur en fer (Fe), exprimée en milligrammes par kilogramme, est donnée par les formules suivantes :

- a) pour l'acide borique, l'oxyde borique, les tétraborates disodiques et les perborates de sodium

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

- b) pour les borates de sodium bruts

$$\frac{10 \times (m_1 - m_2)}{m_0}$$

où

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

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

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

NOTE — Si la teneur en fer trouvée est supérieure à 100 µg, la teneur approximative en fer peut être obtenue par le procédé suivant :

Réserver la solution de l'essai à blanc après avoir mesuré son absorbance par rapport à l'eau. Prendre un volume approprié de la solution d'essai colorée, et l'amener à 100 ml avec la solution en réserve de l'essai à blanc. Mesurer l'absorbance de cette solution diluée par rapport à l'eau.

Calculer le résultat à l'aide de la formule

$$\frac{100 \times (m_3 - m_2)}{V \times m_0}$$

ou, dans le cas des borates de sodium bruts,

$$\frac{1\,000 \times (m_3 - m_2)}{V \times m_0}$$

où

$m_2$  est la masse, en microgrammes, de fer trouvée dans la solution normale de l'essai à blanc;

$m_3$  est la masse, en microgrammes, de fer trouvée dans la solution d'essai diluée;

$V$  est le volume, en millilitres, de la solution d'essai colorée normale, prélevé pour la dilution à 100 ml avec la solution de l'essai à blanc.

Ce résultat peut être utilisé pour calculer la masse de prise d'essai qui devra être utilisée, si nécessaire, pour parvenir à un résultat plus précis, lequel fait l'objet de cette méthode.

## 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 dibenzylthiocarbamate 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 3122:1976

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6f6780c1-4951-4af7-987a-8d678d413111/iso-3122-1976>

Page blanche

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

ISO 3122:1976

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6f6780c1-4951-4af7-987a-8d678d413111/iso-3122-1976>