
Norme internationale



6353/1

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

Réactifs pour analyse chimique — Partie 1 : Méthodes générales d'essai

Reagents for chemical analysis — Part 1 : General test methods

Première édition — 1982-05-15

ITEH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6353-1:1982

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1e00c565-a306-4c04-a7d6-386c9c27b5f4/iso-6353-1-1982>

CDU 543-4

Réf. n° : ISO 6353/1-1982 (F)

Descripteurs : analyse chimique, réactif chimique, essai.

Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est confiée aux comités techniques de l'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 6353/1 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 47, *Chimie*, et a été soumise aux comités membres en mai 1980.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée : [ISO 6353-1:1982](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1e00c565-a306-4c04-a7d6-386c9c2386c9c2/iso-6353-1-1982)

Afrique du Sud, Rép. d'	France	https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1e00c565-a306-4c04-a7d6-386c9c2386c9c2/iso-6353-1-1982
Allemagne, R. F.	Hongrie	Pologne
Belgique	Inde	Roumanie
Brésil	Italie	Royaume-Uni
Chine	Mexique	Suisse
Corée, Rép. d'	Pays-Bas	Tchécoslovaquie
Égypte, Rép. arabe d'	Philippines	

Les comités membres des pays suivants l'ont désapprouvée pour des raisons techniques :

Australie
URSS

Sommaire

	Page
1 Objet et domaine d'application	1
2 Références	1
3 Généralités	1
4 Solutions à utiliser dans les méthodes d'essai	2
4.1 Solutions étalons (SE)	2
4.2 Solutions de réactifs (SR)	4
4.3 Solutions d'indicateurs (SI)	5
5 Méthodes générales d'essai (MG)	6
MG 1 Matières insolubles dans l'eau	6
MG 2 Chlorure	6
MG 3 Sulfate	6
MG 4 Phosphate	6
MG 5 Silicate	6
MG 6 Azote total	6
MG 7 Métaux lourds (exprimés en Pb)	7
MG 8 Fer	7
MG 8.1 Méthode à la phénanthroline-1,10	7
MG 8.2 Méthode à la bathophénanthroline	7
MG 9 Aluminium	7
MG 10 Ammoniac	7
MG 11 Arsenic	7
MG 12 Eau — Méthode de Karl Fischer	7
MG 13 Acidité et alcalinité	7
MG 13.1 Produits liquides miscibles à l'eau	7
MG 13.2 Produits liquides non miscibles à l'eau	8
MG 14 Résidu à l'évaporation	8
MG 15 Résidu à la calcination	8
MG 16 Cendres sulfatées dans des produits solides	8
MG 17 Cendres sulfatées dans des produits liquides	8
MG 18 Substances facilement carbonisables	9
MG 19 Substances réductibles au permanganate	9
MG 19.1 Méthode directe	9
MG 19.2 Méthode indirecte	9
MG 20 Aldéhyde	9
MG 21 Composés soufrés	10
MG 22 Oxalate	10
MG 23 Composés carbonylés	10
MG 24 Densimétrie	10
MG 24.1 Méthode au pycnomètre	10
MG 24.2 Méthode hydrostatique	10
MG 25 Mesurage de températures de changement de phase	11
MG 25.1 Intervalle de distillation	11
MG 25.2 Intervalle de fusion	11
MG 25.3 Point de cristallisation	11
MG 26 Polarimétrie	11
MG 27 Réfractométrie	12

MG 28	Spectrophotométrie d'absorption moléculaire (ultraviolet et visible) (SAM)	12
MG 29	Spectrométrie d'absorption atomique (SAA)	12
MG 30	Spectrométrie d'émission de flamme (SEF)	13
MG 31	Potentiométrie	13
MG 31.1	Détermination du pH	13
MG 31.2	Titrages	14
MG 32	Polarographie à simple balayage	15
MG 33	Voltampérométrie à redissolution anodique	15
MG 34	Chromatographie en phase gazeuse (CPG)	15
MG 35	Extraction des métaux dans un solvant et dosage par SAA	15
MG 36	Mesurage de la coloration en unités Hazen	15

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 6353-1:1982

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1e00c565-a306-4c04-a7d6-386c9c27b5f4/iso-6353-1-1982>

Réactifs pour analyse chimique — Partie 1 : Méthodes générales d'essai

1 Objet et domaine d'application

La présente partie de l'ISO 6353 spécifie des méthodes générales d'essai pour vérifier la conformité des réactifs pour analyse chimique aux spécifications données dans d'autres parties de la présente Norme internationale.

2 Références

ISO 31, *Grandeurs, unités et symboles*.

ISO 758, *Produits chimiques liquides à usage industriel — Détermination de la masse volumique à 20 °C*. <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sic/386c9c27b5f4/iso-6353-1-1982>

ISO 759, *Liquides organiques volatils à usage industriel — Détermination du résidu sec après évaporation sur bain d'eau — Méthode générale*.

ISO 760, *Dosage de l'eau — Méthode de Karl Fischer (Méthode générale)*.

ISO 918, *Liquides organiques volatils à usage industriel — Détermination des caractéristiques de distillation — Méthode générale*.¹⁾

ISO 1392, *Détermination du point de cristallisation — Méthode générale*.

ISO 2211, *Produits chimiques liquides — Détermination de la coloration en unités Hazen (Échelle platine-cobalt)*.

ISO 2718, *Plan normalisé de méthode d'analyse chimique par chromatographie en phase gazeuse*.

ISO 6685, *Produits chimiques à usage industriel — Méthode générale de dosage du fer — Méthode spectrophotométrique à la phénanthroline-1,10*.²⁾

3 Généralités

3.1 La nomenclature des composés chimiques figurant dans la présente Norme internationale est en général conforme aux règles publiées par l'Union internationale de chimie pure et appliquée (IUPAC).

3.2 L'eau utilisée au cours de toutes les réactions ou opérations décrites doit être toujours de l'eau distillée ou déionisée.

Si l'on doit utiliser de l'eau exempte de dioxyde de carbone, elle peut être préparée en faisant bouillir de l'eau, de la qualité qui vient d'être indiquée, durant 10 min et en la protégeant, au cours du refroidissement et de la conservation, du dioxyde de carbone atmosphérique.

3.3 Sauf indication contraire, les solutions sont aqueuses et les dilutions doivent être faites en utilisant de l'eau.

3.4 Le symbole «%» indique le pourcentage en masse (m/m), sauf indication contraire.

3.5 Le numéro de référence d'une méthode générale d'essai, abréviation MG, tel qu'il est mentionné dans les essais particuliers, se rapporte au numéro de l'essai décrit dans le chapitre 5.

3.6 Les réactifs utilisés doivent être conformes aux exigences requises dans l'ISO 6353. En l'absence de telles exigences, des réactifs de qualité analytique appropriée doivent être utilisés.

NOTE — Les réactifs spécifiés dans la présente Norme internationale sont identifiés par la lettre R; par exemple : le chlorure de sodium est R 31.

3.7 Sauf indication contraire, les valeurs de la masse volumique se rapportent à la masse volumique à 20 °C.

3.8 Les températures sont exprimées en degrés Celsius (°C).

1) Actuellement au stade de projet. (Révision de l'ISO/R 918.)

2) Actuellement au stade de projet.

3.9 Les abréviations suivantes sont utilisées dans la présente Norme internationale :

APDC	Ammonium pyrrolidine-1 carbodithioate
DDCAg	Diéthylthiocarbamate d'argent
EDTA	Sel disodique de l'acide (éthylène dinitrilo)tétracétique
SAA	Spectrométrie d'absorption atomique
SAM	Spectrophotométrie d'absorption moléculaire
SEF	Spectrométrie d'émission de flamme
CPG	Chromatographie en phase gazeuse
SE	Solution étalon
SI	Solution d'indicateur
SR	Solution de réactif
MG	Méthode générale
R	Réactif

3.10 Avertissement

Il faut attirer l'attention sur les propriétés physiques et chimiques des produits à manipuler — en particulier la combustibilité, la tendance à l'explosion ou les actions comportant des effets physiologiques — capables de représenter des dangers réels pour la santé et la sécurité. Bien que le degré du risque soit extrêmement variable, on doit considérer, en l'absence d'indications spécifiques contraires, que la manipulation de tout produit chimique comporte des risques de ce genre.

L'indication de détails exhaustifs par rapport aux dangers présentés, ainsi que l'indication détaillée des mesures de sécurité à prendre, ne rentrent pas dans l'objet de la présente Norme internationale, d'autant plus que la plupart des producteurs ne manquent pas de signaler aux utilisateurs les dangers et les risques associés à l'emploi de leurs produits. En outre, les réglementations nationales relatives à l'emballage et à l'étiquetage des produits chimiques dangereux donnent toutes les indications utiles sur les risques que comporte l'emploi de produits chimiques.

4 Solutions à utiliser dans les méthodes d'essai

4.1 Solutions étalons

Préparer les solutions étalons de départ (4.4.1) et les solutions étalons diluées (4.1.2) de la façon suivante.

4.1.1 Solutions étalons de départ

Dissoudre les constituants indiqués dans la 2^e colonne du tableau 1, diluer au volume dans une fiole jaugée de 1 000 ml et homogénéiser.

Il est recommandé de conserver toutes les solutions étalons de départ des composés inorganiques dans des flacons en plastique approprié, sauf indication contraire.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1e00c565-a306-4c04-a7d6-386c9c27b5f4/iso-6353-1-1982>

Tableau 1 — Préparation des solutions étalons de départ

Nom du réactif	Masse de substance nécessaire pour préparer 1 000 ml de solution	1 ml de solution correspond à
Acétaldéhyde	1,00 g de CH_3CHO	0,001 g de CH_3CHO
Aluminium	17,60 g de $\text{KAl}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ + 10 ml H_2SO_4 à 25 %	0,001 g de Al
Ammonium	2,97 g de NH_4Cl (R 5)	0,001 g de NH_4 ou 0,000 776 6 g de N
Argent	1,58 g de AgNO_3 (R 28). Conserver la solution dans un flacon en verre sombre.	0,001 de Ag
Arsenic	Dissoudre, en chauffant, 1,32 g de As_2O_3 dans 3 ml de solution de NaOH à 27 %.	0,001 g de As
Azote	6,07 g de NaNO_3	0,001 g de N
Baryum	1,78 g de $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (R 6)	0,001 g de Ba
Bismuth	Dissoudre 1,00 g de Bi dans 6 ml de HNO_3 (R 19) et éliminer les gaz nitreux par ébullition.	0,001 g de Bi
Bromate	1,31 g de KBrO_3	0,001 g de BrO_3
Bromure	1,49 g de KBr	0,001 g de Br
Calcium	3,67 g de $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. En variante, dissoudre 2,50 g de CaCO_3 dans 25 ml de solution de HCl à 10 % et éliminer le CO_2 par ébullition.	0,001 g de Ca
Carbonate	2,41 g de Na_2CO_3 (R 30)	0,001 g de CO_2 ou 0,000 27 g de C
Carbonyles	Dans une fiole jaugée de 100 ml contenant 50 ml de méthanol exempt de composés carbonylés (SR 4.2.11), peser 10,43 g d'acétone (R 2) (correspondant à 5,0 g de groupements CO), compléter au volume avec le même méthanol et homogénéiser. Prélever 20,0 ml de cette solution et procéder à la dilution à 1 000 ml en fiole jaugée. Utiliser le même méthanol pour toutes les dilutions.	0,001 g de CO
Chlorate	1,47 g de KClO_3	0,001 g de ClO_3
Chlore	3,97 g de Chloramine T (trihydratée)	0,001 g de chlore actif
Chlorure	1,65 g de NaCl (R 32)	0,001 g de Cl
Chrome	2,83 g de $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ (R 23)	0,001 g de Cr
Cobalt	4,94 g de $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	0,001 g de Co
Cuivre	3,93 g de $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ (R 9)	0,001 g de Cu
Fer	8,63 g de $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ + 10 ml de H_2SO_4 à 25 %	0,001 g de Fe
Fluorure	2,21 g de NaF	0,001 g de F
Formaldéhyde	2,86 g de solution de formaldéhyde à 35 %	0,001 g de HCHO
Hexacyanoferrate(II)	1,99 g de $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6] \cdot 3\text{H}_2\text{O}$	0,001 g de $\text{Fe}(\text{CN})_6$
Hexafluorosilicate	3,38 g de H_2SiF_6 à 30 %	0,001 g de SiF_6
Iodate	1,22 g de KIO_3	0,001 g de IO_3
Iodure	1,31 g de KI (R 25)	0,001 g de I
Magnésium	10,14 g de $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	0,001 g de Mg
Manganèse	3,08 g de $\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$	0,001 g de Mn
Mercuré	1,62 g de $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$ + 10 ml de HNO_3 (R 19)	0,001 g de Hg
Molybdène	1,84 g de $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$	0,001 g de Mo
Nickel	4,48 g de $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ou 4,78 g de $\text{NiSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	0,001 g de Ni
Nitrate	1,37 g de NaNO_3	0,001 g de NO_3
Nitrite	1,50 g de NaNO_2	0,001 g de NO_2
Oxalate	1,43 g de $\text{C}_2\text{H}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (R 20)	0,001 g de C_2O_4
Phosphate	1,43 g de KH_2PO_4	0,001 g de PO_4
Phosphore	4,39 g de KH_2PO_4	0,001 g de P
Plomb	1,60 g de $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ + 1 ml de HNO_3 (R 19)	0,001 g de Pb
Potassium	2,59 g de KNO_3	0,001 g de K
Silicate	Dissoudre 1,00 g d'acide silicique calciné à 900 °C dans 8 ml de solution de NaOH à 27 %.	0,001 g de SiO_2
Sodium	2,54 g de NaCl (R 32)	0,001 g de Na
Soufre	5,44 g de K_2SO_4	0,001 g de S
Sulfate	1,81 g de K_2SO_4	0,001 g de SO_4
Sulfure	7,49 g de $\text{Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$	0,001 g de S
Thiocyanate	1,31 g de NH_4SCN	0,001 g de SCN
Thiosulfate	2,21 g de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ (R 36)	0,001 g de S_2O_3
Titane	21,47 g de solution de TiCl_3 à 15 % + 20 ml de solution de HCl à 25 %	0,001 g de Ti
Zinc	4,40 g de $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	0,001 g de Zn

4.1.2 Solutions étalons diluées

Préparer au moment de l'emploi les solutions étalons diluées I, II et III par dilution des solutions de départ (4.1.1), respectivement dans les rapports exacts 1/10, 1/100, 1/1 000, en opérant toujours dans des fioles jaugées de capacité appropriée.

4.2 Solutions de réactifs

Préparer les solutions de réactifs de la façon suivante.

4.2.1 Métavanadate d'ammonium (SR)

Dissoudre 2,5 g de métavanadate d'ammonium dans 500 ml d'eau bouillante, refroidir, ajouter 20 ml de la solution d'acide nitrique (R 19), refroidir et diluer à 1 000 ml. Conserver dans un flacon en polyéthylène.

4.2.2 Tampon au borate (SR)

Dissoudre 3,81 g de tétraborate de sodium décahydraté dans de l'eau exempte de dioxyde de carbone (voir 3.2) et diluer à 1 000 ml avec la même eau. Conserver à l'abri du dioxyde de carbone atmosphérique.

4.2.3 Tampon à l'hydroxyde de calcium (SR)

Préparer une solution saturée à 25 °C. Déterminer la concentration en hydroxyde de calcium par titrage avec une solution titrée d'acide chlorhydrique, $c(\text{HCl}) = 0,1 \text{ mol/l}$, en présence de rouge de phénol (SI 4.3.10) comme indicateur. La concentration $c[1/2 \text{ Ca}(\text{OH})_2]$ doit être comprise entre 0,040 0 et 0,041 2 mol/l. Conserver à l'abri du dioxyde de carbone atmosphérique et rejeter la solution dès l'apparition d'un trouble.

4.2.4 Acide chromique (SR)

Dissoudre 100 g de trioxyde de chrome dans de la solution d'acide sulfurique à 35 % et diluer à 1 000 ml avec le même acide.

4.2.5 Chlorure de cobalt(II) (SR)

4.2.5.1 Préparation

Dissoudre 60 g de chlorure de cobalt(II) hexahydraté dans 900 ml environ d'un mélange formé de 25 ml de la solution d'acide chlorhydrique (R 13) et 975 ml d'eau, et diluer à 1 000 ml avec le même mélange. Déterminer la concentration de la solution par la méthode spécifiée en 4.2.5.2 et l'ajuster à 59,5 mg de $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ par millilitre par addition d'une quantité calculée de solution diluée d'acide chlorhydrique.

4.2.5.2 Titrage

Dans une fiole conique de 200 ml munie d'un bouchon en verre rodé, introduire 5,0 ml de la solution (4.2.5.1), 5 ml de solution de peroxyde d'hydrogène à 3 % et 10 ml de solution d'hydroxyde de sodium à 27 %. Sans boucher la fiole, faire bouillir doucement durant 10 min, laisser refroidir, ajouter 60 ml de solution d'acide sulfurique à 10 % et 2 g d'iodure de

potassium (R 25). Boucher la fiole et dissoudre le précipité en secouant doucement. Titrer l'iode libéré avec une solution titrée de thiosulfate de sodium, $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$, en ajoutant 10 gouttes d'empois d'amidon (SI 4.3.11) vers la fin du titrage.

Le point final est atteint au moment où la coloration bleue disparaît.

1 ml de solution de thiosulfate de sodium, $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$, correspond à 23,79 mg de $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$.

4.2.6 Sulfate de cuivre(II) (SR)

4.2.6.1 Préparation

Dissoudre 63 g de sulfate de cuivre(II) pentahydraté (R 9) dans 900 ml environ d'un mélange formé de 25 ml de la solution d'acide chlorhydrique (R 13) et 975 ml d'eau, et diluer à 1 000 ml avec le même mélange. Déterminer la concentration de la solution par la méthode spécifiée en 4.2.6.2 et l'ajuster à 62,4 mg de $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ par millilitre par addition d'une quantité calculée de solution diluée d'acide chlorhydrique.

4.2.6.2 Titrage

Dans une fiole conique de 200 ml munie d'un bouchon en verre rodé, introduire 10 ml de la solution (4.2.6.1), 50 ml d'eau, 12 ml de solution d'acide acétique à 12 % environ et 3 g d'iodure de potassium (R 25). Titrer l'iode libéré avec une solution titrée de thiosulfate de sodium, $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$, en ajoutant 10 gouttes d'empois d'amidon (SI 4.3.11) vers la fin du titrage.

Le point final est atteint au moment où la coloration bleue disparaît.

1 ml de solution de thiosulfate de sodium, $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$, correspond à 24,97 mg de $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$.

4.2.7 Dinitro-2,4 phénylhydrazine (SR)

Dissoudre 50 mg de dinitro-2,4 phénylhydrazine dans 25 ml de méthanol exempt de composés carbonyles (SR 4.2.11) et 2 ml de la solution d'acide chlorhydrique (R 13), et diluer à 50 ml avec de l'eau. Rejeter la solution après 2 semaines.

4.2.8 Chlorure de fer(III) (SR)

4.2.8.1 Préparation

Dissoudre 46 g de chlorure de fer(III) hexahydraté dans 900 ml environ d'un mélange formé de 25 ml de la solution d'acide chlorhydrique (R 13) et 975 ml d'eau, et diluer à 1 000 ml avec le même mélange. Déterminer la concentration de la solution par la méthode spécifiée en 4.2.8.2 et l'ajuster à 45,0 mg de $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ par millilitre par addition d'une quantité calculée de solution diluée d'acide chlorhydrique.

4.2.8.2 Titration

Dans une fiole conique de 200 ml munie d'un bouchon en verre rodé, introduire 10,0 ml de la solution (4.2.8.1), 15 ml d'eau, 5 ml de la solution d'acide chlorhydrique (R 13) et 4 g d'iodure de potassium (R 25). Boucher la fiole, laisser reposer dans l'obscurité durant 15 min et ajouter 100 ml d'eau. Titrer l'iode libéré avec une solution titrée de thiosulfate de sodium, $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$, en ajoutant 10 gouttes d'empois d'amidon (SI 4.3.11) vers la fin du titrage.

Le point final est atteint au moment où la coloration bleue disparaît.

1 ml de solution de thiosulfate de sodium, $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$, correspond à 27,03 mg de $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$.

4.2.9 Mélange fer(II)/fer(III) (SR)

Dissoudre, dans de l'eau, 10 g de sulfate double d'ammonium et de fer(II) hexahydraté et 1 g de sulfate double d'ammonium et de fer(III) dodécahydraté, ajouter 5 ml de solution d'acide sulfurique à 20 % et diluer à 100 ml.

4.2.10 Acétate de plomb (basique) (SR)

Dissoudre 5 g d'acétate de plomb(II) trihydrate et 15 g d'hydroxyde de sodium (R 34) dans 80 ml d'eau et diluer à 100 ml.

4.2.11 Méthanol, exempt de composés carbonyles (SR)

Ajouter, à 2 litres de méthanol (R 18), 10 g de dinitro-2,4 phénylhydrazine et 0,5 ml de la solution d'acide chlorhydrique (R 13), chauffer à reflux durant 2 h et puis distiller en rejetant les premiers 50 ml de distillat. Agiter le méthanol au cours de la distillation au moyen d'un agitateur magnétique pour éviter une ébullition irrégulière. S'il est conservé dans un flacon bouché étanche à l'air, le méthanol restera indéfiniment exempt de composés carbonyles.

4.2.12 Tampon à l'oxalate (SR)

Dissoudre, dans de l'eau, 12,71 g de tétraoxalate de potassium dihydraté et diluer à 1 000 ml.

4.2.13 Tampon au phosphate (SR)

Dissoudre, dans de l'eau exempte de dioxyde de carbone, 3,40 g de dihydrogénophosphate de potassium et 3,55 g d'hydrogénophosphate disodique, préalablement séchés durant 2 h à $120 \pm 10^\circ\text{C}$ et refroidis en dessiccateur, et diluer à 1 000 ml avec la même eau.

4.2.14 Tampon au phtalate (SR)

Dissoudre, dans de l'eau, 10,21 g d'hydrogénophtalate de potassium, préalablement séché durant 1 h à 110°C et refroidi en dessiccateur, et diluer à 1 000 ml.

4.2.15 Solution méthanolique d'hydroxyde de potassium (SR)

Mélanger 15,0 ml de solution d'hydroxyde de potassium à 33 % avec 50 ml de méthanol exempt de composés carbonyles (SR 4.2.11). Rejeter la solution après 2 semaines.

4.2.16 Dihydrogénophosphate de sodium (SR)

Dissoudre, dans de l'eau, 20 g de dihydrogénophosphate de sodium monohydraté, ajouter 1 ml de solution d'acide sulfurique à 20 % et diluer à 100 ml.

4.2.17 Tampon au tartrate (SR)

Préparer une solution saturée en agitant énergiquement un excès d'hydrogéntartrate racémique de potassium avec de l'eau à 25°C . Le temps de conservation de la solution est limité, à moins qu'un petit cristal de thymol n'ait été ajouté.

4.3 Solutions d'indicateurs (abréviation : SI)

Préparer les solutions d'indicateurs de la façon suivante.

4.3.1 Sulfate double d'ammonium et de fer(III) (SI)

Dissoudre 33 g de sulfate double d'ammonium et de fer(III) dodécahydraté dans 67 ml de solution d'acide nitrique à 12 %.

4.3.2 Bleu de bromophénol (SI)

Dissoudre, en chauffant, 0,1 g de bleu de bromophénol dans 3,0 ml de solution d'hydroxyde de sodium à 0,2 % et 5 ml d'éthanol à 95 % (V/V). Lorsque la dissolution est complète, ajouter 50 ml d'éthanol à 95 % (V/V) et diluer à 250 ml avec de l'eau.

4.3.3 Violet cristal (SI)

Dissoudre 1,25 g de violet cristal C.I. 42555 dans 250 ml d'acide acétique (R 1).

4.3.4 Isatine (SI)

Dissoudre 0,50 g d'isatine dans 50 ml de la solution d'acide sulfurique (R 37) (solution A).

Dissoudre 0,50 g de chlorure de fer(III) hexahydraté dans 2 ml d'eau et diluer à 100 ml avec la solution d'acide sulfurique (R 37) en agitant jusqu'à cessation du dégagement gazeux (solution B).

Immédiatement avant l'emploi, ajouter 5,0 ml de solution B à 2,5 ml de solution A et diluer à 100 ml avec la solution d'acide sulfurique (R 37).

4.3.5 Méthylorange (SI)

Dissoudre 0,1 g de méthylorange C.I. 13025 dans 50 ml d'éthanol à 95 % (V/V) et diluer à 250 ml avec de l'eau.

4.3.6 Rouge de méthyle (SI)

Dissoudre, en chauffant, 25 ml de rouge de méthyle C.I. 13020 finement pulvérisé dans 0,95 ml de solution d'hydroxyde de sodium à 0,2 % et 5 ml d'éthanol à 95 % (V/V). Lorsque la dissolution est complète, ajouter 125 ml d'éthanol à 95 % (V/V) et diluer à 250 ml avec de l'eau.

4.3.7 Mélange de bleu de méthylthymol

Triturer en poudre fine 1 g de bleu de méthylthymol avec 100 g de nitrate de potassium.

4.3.8 Mélange de mordant noir 11

Triturer en poudre fine 1 g de mordant noir 11 C.I. 14645 et 100 g de chlorure de sodium.

4.3.9 Phénolphthaléine (SI)

Dissoudre 2,5 g de phénolphthaléine dans 250 ml d'éthanol à 95 % (V/V).

4.3.10 Rouge de phénol (SI)

Dissoudre, en chauffant, 50 mg de rouge de phénol avec 2,85 ml de solution d'hydroxyde de sodium à 0,2 % et 5 ml d'éthanol à 95 % (V/V). Lorsque la dissolution est complète, ajouter 50 ml d'éthanol à 95 % (V/V) et diluer à 250 ml avec de l'eau.

4.3.11 Empois d'amidon (SI)

Triturer 1 g d'amidon soluble avec 5 ml d'eau et, en agitant, verser le mélange dans 100 ml d'eau bouillante. Faire bouillir durant quelques minutes et refroidir. Rejeter la solution après 2 semaines.

NOTE — La conservation de la solution peut être portée à plusieurs mois en ajoutant quelques gouttes de solution de formaldéhyde.

4.3.12 Thymolphthaléine (SI)

Dissoudre 0,50 g de thymolphthaléine dans 60 ml d'éthanol à 95 % (V/V) et diluer à 250 ml avec de l'eau.

5 Méthodes générales d'essai (MG)

5.1 Matières insolubles dans l'eau (MG 1)

Dissoudre, aussi complètement que possible, la prise d'essai prévue dans un volume approprié d'eau bouillante, refroidir et filtrer à travers un filtre en verre fritté de la série P 40 (dimension des pores 16 à 40 µm), préalablement séché durant 1 h à 105 ± 2 °C, refroidi en dessiccateur et pesé à 0,1 mg près. Laver le résidu avec de l'eau, sécher durant 1 h à 105 ± 2 °C, laisser refroidir dans un dessiccateur et peser à nouveau à 0,1 g près. Calculer la masse du résidu.

5.2 Chlorure (MG 2)

Acidifier le volume prévu de la solution d'essai avec 1 ml de solution d'acide nitrique à 25 %, et ajouter 1 ml de solution de nitrate d'argent à 1,7 % environ.

Laisser reposer durant 2 min et comparer l'opalescence obtenue à celle de la solution témoin prescrite.

5.3 Sulfate (MG 3)

Mélanger 0,25 ml de solution de sulfate de potassium à 0,02 % dans de l'éthanol à 30 % (V/V) avec 1 ml de solution de chlorure de baryum dihydraté à 25 % (solution d'ensemencement). À ce mélange, ajouter, après 1 min exactement, le volume prévu de la solution d'essai qui a été préalablement acidifiée avec 0,5 ml de solution d'acide chlorhydrique à 20 %.

Laisser reposer durant 5 min et comparer la turbidité obtenue à celle de la solution témoin prescrite.

5.4 Phosphate (MG 4)

Ajouter, au volume prévu de la solution d'essai, 5 ml de solution de molybdate d'ammonium à 10 %. Ajuster le pH à 1,8 et porter la solution à ébullition. Refroidir, ajouter 12,5 ml de solution d'acide chlorhydrique à 15 % et extraire avec 20 ml d'oxyde diéthylique. Laver la phase organique avec une solution d'acide chlorhydrique à 5 % et réduire avec 0,2 ml de solution de chlorure d'étain(II) dihydraté à 2 % dans la solution d'acide chlorhydrique (R 13).

Comparer la coloration bleue de la phase organique à celle qui est obtenue à partir de la solution témoin prescrite.

5.5 Silicate (MG 5)

Mélanger le volume prévu de la solution d'essai avec 4,5 ml de solution d'acide sulfurique à 5 % et 1 ml de solution de molybdate d'ammonium à 10 %. Après 5 min, ajouter 5 ml de solution d'acide oxalique à 5 % et, après encore 5 min, ajouter 0,2 ml de solution de chlorure d'étain(II) dihydraté à 2 % dans la solution d'acide chlorhydrique (R 13).

Comparer la coloration bleue obtenue à celle de la solution témoin prescrite.

5.6 Azote total (MG 6)

Ajouter 5 ml de solution d'hydroxyde de sodium à 32 % au volume prévu de la solution d'essai amené, si nécessaire, à 140 ml, dans un appareil de Kjeldahl consistant en un ballon de Kjeldahl et un système de distillation, et réduire avec 1,0 g d'alliage de Devarda ou de fil d'aluminium. Laisser reposer durant 1 h. Distiller 75 ml du mélange en recueillant le distillat dans une éprouvette graduée contenant 5,0 ml de solution d'acide sulfurique à 0,5 %. Ajouter 3 ml de solution d'hydroxyde de sodium à 32 % et 2 ml de réactif de Nessler et diluer à 100 ml.

Comparer la coloration jaune obtenue à celle de la solution témoin prescrite.

5.7 Métaux lourds (exprimés en Pb) (MG 7)

Ajouter, au volume prévu de la solution d'essai, 0,2 ml de solution d'acide acétique à 30 % et saturer avec du sulfure d'hydrogène, ou utiliser une quantité appropriée de solution aqueuse de sulfure d'hydrogène.

Comparer la coloration brune obtenue à celle de la solution témoin prescrite.

5.8 Fer (MG 8)

5.8.1 Méthode à la phénanthroline-1,10 (MG 8.1)

Voir ISO 6685.

5.8.2 Méthode à la bathophénanthroline (MG 8.2)

5.8.2.1 Solution tampon à pH 4,5

Dissoudre, dans de l'eau, 164 g d'acétate de sodium trihydraté (R 29) et 115 ml d'acide acétique (R 1) et diluer à 1 000 ml.

5.8.2.2 Mode opératoire

Ajouter, au volume prévu de la solution d'essai, 1 ml de solution d'acide ascorbique à 10 %, 15 ml de la solution tampon (5.8.2.1) et 1 ml de solution à 0,1 % du sel disodique de l'acide bathophénanthroline disulfonique. Diluer à 50 ml et laisser reposer durant 15 min.

Comparer la coloration rouge obtenue à celle de la solution témoin prescrite.

5.9 Aluminium (MG 9)

5.9.1 Réactif aluminon

Ajouter 0,25 g d'aluminon (aurintricarboxylate d'ammonium) et 5 g de gomme d'acacia à 250 ml d'eau et chauffer pour dissoudre. Ajouter 87 g d'acétate d'ammonium (R 4) et agiter pour dissoudre. Ajouter 145 ml de solution d'acide chlorhydrique à 15 % et diluer à 500 ml. Filtrer si nécessaire. Rejeter la solution après 1 mois.

5.9.2 Mode opératoire

Neutraliser en présence de tournesol le volume prévu de la solution d'essai, ajouter 1 ml de solution d'acide acétique à 30 % et ajuster le pH de la solution à 4,5 avec une solution d'ammoniaque à 10 %. Ajouter 0,1 ml d'acide thioacétique et 3 ml de la solution d'aluminon (5.9.1), chauffer à 100 °C environ durant 10 min et refroidir.

Comparer la coloration rouge obtenue à celle de la solution témoin prescrite.

5.10 Ammoniac (MG 10)

Diluer à 75 ml le volume prévu de la solution d'essai. Ajouter 3 ml de solution d'hydroxyde de sodium à 32 % et 2 ml de réactif de Nessler et diluer à 100 ml.

Comparer la coloration jaune obtenue à celle de la solution témoin prescrite.

5.11 Arsenic (MG 11)

Ajouter, à la solution d'essai, 10 ml de solution de chlorure d'étain(II) dihydraté à 0,4 % dans la solution d'acide chlorhydrique (R 13), 5 ml de solution d'iodure de potassium à 15 % et 1 ml de solution de sulfate de cuivre(II) pentahydraté à 2 %. Laisser ce mélange réagir avec 8 g de grenaille de zinc (R 40). Fixer l'arsine formée dans un absorbeur contenant 5 ml de solution de DDCAg à 0,5 % dans la pyridine (voir la figure).

Comparer la coloration rouge obtenue à celle de la solution témoin prescrite.

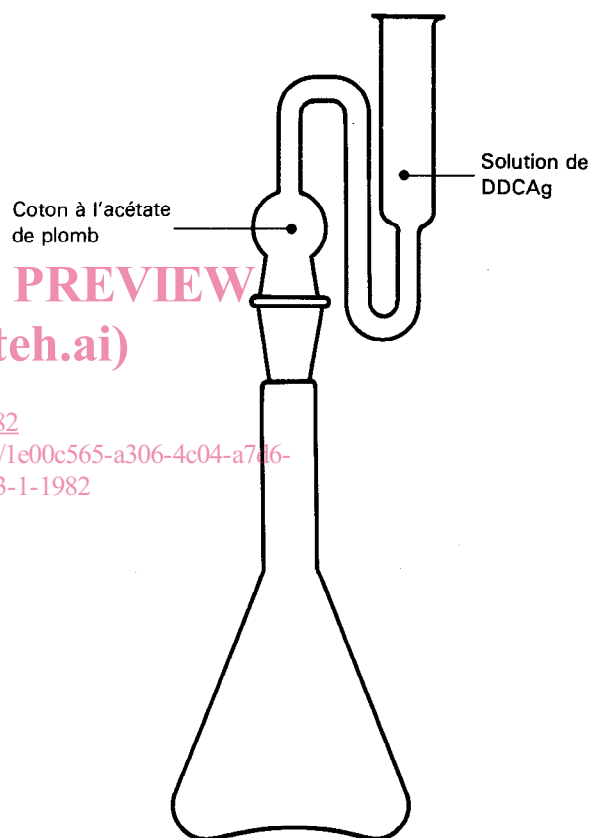


Figure — Dispositif d'absorption à employer pour l'essai de l'arsenic

5.12 Eau — Méthode de Karl Fischer (MG 12)

Voir ISO 760.

5.13 Acidité et alcalinité (MG 13)

5.13.1 Acidité ou alcalinité des produits liquides miscibles à l'eau (MG 13.1)

5.13.1.1 Mode opératoire

Dans une fiole conique de 250 ml, introduire 100 ml d'eau et faire bouillir durant 5 min pour éliminer le dioxyde de carbone. Laisser refroidir légèrement, ajouter le volume prévu de la solu-