
Norme internationale



6353/2

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

**Réactifs pour analyse chimique —
Partie 2 : Spécifications — Première série**

Reagents for chemical analysis — Part 2 : Specifications — First series

Première édition — 1983-12-15

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6353-2:1983

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8c6761c4-45e6-4848-abcb-de161dff09aa/iso-6353-2-1983>

CDU 543.4

Réf. n° : ISO 6353/2-1983 (F)

Descripteurs : analyse chimique, réactif chimique, spécification, essai.

Prix basé sur 57 pages

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 6353/2 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 47 *Chimie*, et a été soumise aux comités membres en août 1981.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

Afrique du Sud, Rép. d'	Égypte, Rép. arabe d'	Pologne
Allemagne, R. F.	France	Portugal
Autriche	Hongrie	Roumanie
Belgique	Irlande	Royaume-Uni
Brésil	Italie	Suisse
Chine	Japon	Tchécoslovaquie
Corée, Rép. de	Pays-Bas	
Corée, Rép. dém. p. de	Philippines	

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

Inde
URSS

Sommaire

	Page
1 Objet et domaine d'application	1
2 Réactifs (abréviation : R) — Spécifications — Première série	1
R 1 Acide acétique	2
R 2 Acétone	3
R 3 Ammoniaque solution	4
R 4 Ammonium acétate	6
R 5 Ammonium chlorure	7
R 6 Baryum chlorure dihydraté	8
R 7 Chloroforme	9
R 8 Acide citrique monohydraté	10
R 9 Cuivre(II) sulfate pentahydraté	12
R 10 Cyclohexane	13
R 11 Éthanol	14
R 12 Acide (éthylène dinitrilo)tétracétique, sel disodique dihydraté	16
R 13 Acide chlorhydrique	17
R 14 Peroxyde d'hydrogène	19
R 15 Hydroxylammonium chlorure	21
R 16 Magnésium chlorure hexahydraté	22
R 17 Magnésium oxyde	23
R 18 Méthanol	25
R 19 Acide nitrique	26
R 20 Acide oxalique dihydraté	27
R 21 Acide perchlorique	28
R 22 Acide phosphorique	30
R 23 Potassium dichromate	31
R 24 Potassium hydroxyde	32
R 25 Potassium iodure	34
R 26 Potassium permanganate	36
R 27 Potassium et sodium tartrate tétrahydraté	37
R 28 Argent nitrate	38
R 29 Sodium acétate trihydraté	39
R 30 Sodium carbonate anhydre	41
R 31 Sodium carbonate décahydraté	43
R 32 Sodium chlorure	45
R 33 <i>d</i> /Sodium hydrogénophosphate dodécahydraté	47
R 34 Sodium hydroxyde	48
R 35 Sodium sulfate anhydre	50
R 36 Sodium thiosulfate pentahydraté	51
R 37 Acide sulfurique	52
R 38 Étain(II) chlorure dihydraté	54
R 39 Toluène	55
R 40 Zinc	56

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 6353-2:1983
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sis/8c6761c4-45e6-4848-abcb-de161df00aa/iso-6353-2-1983>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6353-2:1983

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8c6761c4-45e6-4848-abcb-de161dff09aa/iso-6353-2-1983>

Réactifs pour analyse chimique — Partie 2 : Spécifications — Première série

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

1 Objet et domaine d'application

La présente partie de l'ISO 6353 donne des spécifications et indique les méthodes d'essai à utiliser pour vérifier la conformité à ces spécifications d'une première série de réactifs utilisés en chimie analytique.

Ce document devra être lu conjointement avec l'ISO 6353/1 qui décrit les méthodes générales d'essai (MG) applicables aux exigences relatives aux spécifications de réactifs et qui donne les informations générales nécessaires pour l'emploi correct de la norme.

Il faut accorder une attention particulière à l'ISO 6353/1, chapitre 4, qui décrit la préparation

- des solutions étalons (SE) aux dilutions I, II et III;

- des solutions de réactifs (SR);

- des solutions d'indicateurs (SI).

Dans la présente partie de l'ISO 6353, les numéros de référence suivis d'un astérisque renvoient à l'ISO 6353/1.

2 Réactifs (abréviation : R), Spécifications — Première série

Remarque générale — Dans tous les essais correspondant à une comparaison à une solution témoin, le résultat (par exemple intensité de coloration) obtenu sur la solution d'essai ne doit pas être supérieur à celui qui est obtenu sur la solution témoin prescrite.

R 1 Acide acétique CH₃COOH

Masse moléculaire relative : 60,05

R 1.1 Spécifications

Titre (CH ₃ COOH)	99,7 % min.
Masse volumique : 1,05 g/ml	
Chlorure (Cl)	0,000 1 % max.
Sulfate (SO ₄)	0,000 2 % max.
Cuivre (Cu)	0,000 05 % max.
Fer (Fe)	0,000 1 % max.
Plomb (Pb)	0,000 05 % max.
Matières réductibles au dichromate (exprimées en O)	0,008 % max.
Résidu après évaporation	0,003 % max.

R 1.2 Préparation de la solution d'essai

Ajouter, à 100 g (95 ml) de l'échantillon, 1 ml de solution de carbonate de sodium à 1 % et évaporer jusqu'à siccité sur un bain d'eau bouillante. Dissoudre le résidu dans une petite quantité d'eau, ajouter 1 ml d'acide chlorhydrique (R 13) et diluer à 50 ml avec de l'eau.

R 1.3 Essais

R 1.3.1 Titre

Peser, à 0,000 1 g près, 2 à 3 g de l'échantillon, diluer avec 50 ml d'eau et titrer avec une solution titrée d'hydroxyde de sodium, $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/l}$, en présence de phénolphthaléine (SI 4.3.9*).

1,00 ml de solution d'hydroxyde de sodium, $c(\text{NaOH}) = 1,000 \text{ mol/l}$, correspond à 0,060 05 g de CH₃COOH.

R 1.3.2 Chlorure

Diluer 10 g (9,5 ml) de l'échantillon à 30 ml avec de l'eau et appliquer la MG 2.

Préparer une solution témoin en utilisant 10 ml de la SE III de chlorure (10 ml \cong 0,000 1 % Cl).

R 1.3.3 Sulfate

Prélever 12,5 ml de la solution d'essai (R 1.2) et appliquer la MG 3.

Préparer une solution témoin en utilisant 5 ml de la SE II de sulfate (5 ml \cong 0,000 2 % SO₄).

R 1.3.4 Cuivre et plomb

Doser ces éléments par SAA conformément à la MG 29, dans les conditions suivantes :

Élément	Concentration de la solution	Flamme	Raie de résonance nm
Cu	Solution d'essai (R 1.2)	Air-acétylène	324,7
Pb	Solution d'essai (R 1.2)		217,0 ou 283,3

R 1.3.5 Fer

Prélever 5 ml de la solution d'essai (R 1.2) et appliquer la MG 8.1.

Préparer une solution témoin en utilisant 1 ml de la SE II de fer (1 ml \cong 0,000 1 % Fe).

R 1.3.6 Matières réductibles au dichromate

Dans une fiole conique en verre munie d'un bouchon rodé et contenant 10,00 ml de solution de dichromate de potassium à 4,90 g/l, ajouter, avec précaution, en refroidissant et en mélangeant, 10 ml d'acide sulfurique (R 37) et amener à la température ambiante.

Ajouter 10 g (9,5 ml) de l'échantillon et laisser reposer durant 1 h à $50 \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$. Diluer à 50 ml avec de l'eau, laisser refroidir à la température ambiante, ajouter 5 ml de solution d'iodure de potassium à 10 % et titrer avec une solution titrée de thiosulfate de sodium, $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,05 \text{ mol/l}$, en présence d'empois d'amidon (SI 4.3.11*).

Effectuer parallèlement un essai à blanc.

Les matières réductibles au dichromate, exprimées en pourcentage en masse d'oxygène, sont données par la formule

$$0,000 4 (V_2 - V_1) \times 10$$

où

V_1 est le volume, en millilitres, de la solution titrée de thiosulfate de sodium, utilisé pour la détermination;

V_2 est le volume, en millilitres, de la solution titrée de thiosulfate de sodium, utilisé pour l'essai à blanc;

0,000 4 est la masse, en grammes, d'oxygène correspondant à 1,00 ml de solution de thiosulfate de sodium, $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,050 \text{ mol/l}$.

R 1.3.7 Résidu après évaporation

Prélever 50 g (48 ml) de l'échantillon et appliquer la MG 14.

La masse du résidu ne doit pas dépasser 1,5 mg.

R 2 Acétone

CH₃COCH₃

Masse moléculaire relative : 58,08

R 2.1 Spécifications

Titre (CH ₃ COCH ₃)	99,5 % min.
Méthanol (CH ₃ OH)	0,05 % max.
Masse volumique : 0,787 à 0,793 g/ml	
Résidu après évaporation	0,001 % max.
Acidité (exprimée en millimoles de H ⁺)	0,05/100 g max.
Alcalinité (exprimée en millimoles de OH ⁻)	0,05/100 g max.
Matières réductibles au permanganate (exprimées en O)	0,000 3 % max.
Aldéhyde (exprimé en HCHO)	0,002 % max.
Eau	0,3 % max.

R 2.2 Essais

R 2.2.1 Titre et méthanol

Appliquer la MG 34, dans les conditions suivantes :

Phase stationnaire	10 % Carbowax 400
Support	Chromosorb G-AW-DMCS [0,125 à 0,150 mm (100 à 120 mailles ASTM)]
Longueur de la colonne	3 m
Diamètre intérieur de la colonne	2,5 mm
Matériau pour la colonne	Acier inoxydable ou, de préférence, verre
Température de la colonne	60 °C
Température d'injection	150 °C
Température de détection	150 °C
Type du détecteur	À ionisation de flamme
Gaz vecteur	Azote
Débit	25 ml/min
Prise d'essai	0,5 µl

R 2.2.2 Masse volumique

Appliquer la MG 24.1

R 2.2.3 Résidu après évaporation

Prélever 100 g (127 ml) de l'échantillon et appliquer la MG 14.

La masse du résidu ne doit pas dépasser 1 mg.

R 2.2.4 Acidité

Prélever 79 g (100 ml) de l'échantillon et appliquer la MG 13.1 en titrant avec une solution titrée d'hydroxyde de sodium, $c(\text{NaOH}) = 0,01 \text{ mol/l}$, en présence de phénolphaléine (SI 4.3.9*).

Le volume de la solution de titrage ne doit pas dépasser 4 ml.

R 2.2.5 Alcalinité

Prélever 79 g (100 ml) de l'échantillon et appliquer la MG 13.1 en titrant avec une solution titrée d'acide sulfurique, $c(1/2 \text{ H}_2\text{SO}_4) = 0,01 \text{ mol/l}$, en présence de rouge de méthyle (SI 4.3.6*).

Le volume de la solution de titrage ne doit pas dépasser 4 ml.

R 2.2.6 Matières réductibles au permanganate

Prélever 40 g (50 ml) de l'échantillon et appliquer la MG 19.1 en ajoutant 0,15 ml de solution de permanganate de potassium à 3,16 g/l et en laissant reposer la solution d'essai à $20 \pm 0,5 \text{ °C}$ durant 15 min.

La coloration rose ne doit pas avoir complètement disparu.

R 2.2.7 Aldéhyde

Prélever 2 g (2,5 ml) de l'échantillon et appliquer la MG 20.

Préparer une solution témoin en utilisant 4 ml de la SE II de formaldéhyde ($4 \text{ ml} \cong 0,002 \text{ % HCHO}$).

R 2.2.8 Eau

Prélever 7,9 g (10 ml) de l'échantillon, diluer à 30 ml avec de la pyridine et appliquer la MG 12.

R 3 Ammoniaque (solution à 25 %)

NH₃

Masse moléculaire relative : 17,03

R 3.1 Spécifications

Titre (NH ₃)	25 % min. ¹⁾
Carbonate (exprimé en CO ₂)	0,002 % max.
Chlorure (Cl)	0,000 05 % max.
Phosphate (PO ₄)	0,000 2 % max.
Silicate (exprimé en SiO ₂)	0,001 % max.
Sulfate (SO ₄)	0,000 2 % max.
Sulfure (S)	0,000 02 % max.
Calcium (Ca)	0,000 1 % max.
Cuivre (Cu)	0,000 01 % max.
Fer (Fe)	0,000 02 % max.
Magnésium (Mg)	0,000 1 % max.
Plomb (Pb)	0,000 05 % max.
Potassium (K)	0,000 1 % max.
Sodium (Na)	0,000 5 % max.
Matières réductibles au permanganate (exprimées en O)	0,000 8 % max.
Résidu après évaporation	0,002 % max.

R 3.2 Préparation des solutions d'essai et de la solution d'indicateur mixte

R 3.2.1 Solution d'essai I

Évaporer 250 g (275 ml) de l'échantillon¹⁾ jusqu'à l'obtention d'un volume de 10 ml environ. Acidifier avec de l'acide nitrique (R 19) et diluer à 100 ml avec de l'eau.

R 3.2.2 Solution d'essai II

Dissoudre le résidu après évaporation obtenu en R 3.2.1 dans 0,5 ml d'acide chlorhydrique (R 13) et diluer à 100 ml avec de l'eau.

R 3.2.3 Solution d'indicateur mixte

Mélanger un volume de solution de rouge de méthyle à 0,2 % dans l'éthanol à 95 % (V/V) avec un volume de solution de bleu de méthylène à 0,1 % dans de l'éthanol à 95 % (V/V).

R 3.3 Essais

R 3.3.1 Titre

Dans une fiole conique en verre de 100 ml munie d'un bouchon rodé, introduire 25,00 ml de solution titrée d'acide sulfurique, $c(1/2 \text{ H}_2\text{SO}_4) = 1 \text{ mol/l}$, et peser le tout à 0,000 1 g près.

Ajouter 1,2 g environ de l'échantillon et repeser à 0,000 1 g près. Ajouter 2 gouttes de la solution d'indicateur mixte (R 3.2.3) et titrer l'excès d'acide avec une solution titrée d'hydroxyde de sodium, $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/l}$.

1,00 ml de solution d'acide sulfurique, $c(1/2 \text{ H}_2\text{SO}_4) = 1,000 \text{ mol/l}$, correspond à 0,017 03 g de NH₃.

R 3.3.2 Carbonate

Diluer 5 g (5,5 ml) de l'échantillon avec 10 ml d'eau exempte de dioxyde de carbone et ajouter 5 ml de solution d'hydroxyde de baryum octahydraté [Ba(OH)₂·8H₂O] à 4 %.

Après 5 min, toute turbidité dans la solution ne doit pas être supérieure à celle d'une solution témoin préparée de façon similaire en utilisant 10 ml de la SE II de carbonate (10 ml \cong 0,002 % CO₂).

R 3.3.3 Chlorure

Prélever 20 ml de la solution d'essai I (R 3.2.1) et appliquer la MG 2.

Préparer une solution témoin en utilisant 2,5 ml de la SE II de chlorure (2,5 ml \cong 0,000 05 % Cl).

R 3.3.4 Phosphate

Prélever 20 ml de la solution d'essai I (R 3.2.1) et appliquer la MG 4.

Préparer une solution témoin en utilisant 10 ml de la SE II de phosphate (10 ml \cong 0,000 2 % PO₄).

R 3.3.5 Silicate

Neutraliser 20 g (22 ml) de l'échantillon avec de l'acide chlorhydrique (R 13), diluer à 50 ml environ et appliquer la MG 5.

Préparer une solution témoin en utilisant 20 ml de la SE II de silicate (20 ml \cong 0,001 % SiO₂).

R 3.3.6 Sulfate

Prélever 10 ml de la solution d'essai I (R 3.2.1) et appliquer la MG 3.

Préparer une solution témoin en utilisant 5 ml de la SE II de sulfate (5 ml \cong 0,000 2 % SO₄).

1) La même qualité est également disponible dans le commerce, avec une teneur en NH₃ de l'ordre de 30 % à 35 %, et il faut en tenir compte lors de la préparation de la solution d'essai I.

R 3 Ammoniaque (solution à 25 %)

R 3.3.7 Sulfure

Ajouter, à 50 g (55 ml) de l'échantillon, 0,5 ml d'acétate de plomb (basique) (SR 4.2.10*).

La coloration brune de la solution d'essai ne doit pas être plus intense que celle d'une solution témoin préparée de façon similaire en utilisant 1 ml de la SE II de sulfure récemment préparée (1 ml \cong 0,000 02 % S).

R 3.3.8 Calcium, cuivre, magnésium et plomb

Doser ces éléments par SAA conformément à la MG 29, dans les conditions suivantes :

Élément	Concentration de la solution	Flamme	Raie de résonance nm
Ca	Solution d'essai II (R 3.2.2)	Air-acétylène	422,7
Cu			324,7
Mg			285,2
Pb			217,0 ou 283,3

R 3.3.9 Fer

Évaporer jusqu'à siccité, sur un bain d'eau bouillante, 50 g (55 ml) de l'échantillon. Reprendre le résidu par 0,5 ml d'acide chlorhydrique (R 13) et appliquer la MG 8.2.

Préparer une solution témoin en utilisant 10 ml de la SE III de fer (10 ml \cong 0,000 02 % Fe).

R 3.3.10 Potassium et sodium

Doser ces éléments par SEF conformément à la MG 30, dans les conditions suivantes :

Élément	Concentration de la solution	Flamme	Longueur d'onde nm
K	Solution d'essai II (R 3.2.2)	Oxygène-acétylène	766,5
Na			589,0

R 3.3.11 Matières réductibles au permanganate

Ajouter, à 20 g (22 ml) de l'échantillon, 20 ml d'eau, homogénéiser et acidifier, avec précaution, avec 20 ml de solution d'acide sulfurique à 50 %. Ajouter 0,2 ml de solution de permanganate de potassium à 3,16 g/l et faire bouillir durant 5 min.

La coloration rose ne doit pas avoir complètement disparu.

R 3.3.12 Résidu après évaporation

Prélever 100 g (110 ml) de l'échantillon et appliquer la MG 14.

La masse du résidu ne doit pas dépasser 2 mg.

Conserver ce résidu pour la préparation de la solution d'essai II (R 3.2.2).

R 4 Ammonium acétate CH₃COONH₄

Masse moléculaire relative : 77,08

R 4.1 Spécifications

Titre (CH ₃ COONH ₄)	99 % min.
pH (solution à 5 %) : 6,5 à 7,5	
Chlorure (Cl)	0,000 5 % max.
Nitrate (NO ₃)	0,001 % max.
Sulfate (SO ₄)	0,002 % max.
Cuivre (Cu)	0,000 5 % max.
Fer (Fe)	0,000 5 % max.
Plomb (Pb)	0,000 5 % max.
Cendres sulfatées	0,01 % max.

R 4.2 Préparation de la solution d'essai

Dissoudre 40 g de l'échantillon dans 100 ml d'eau (la solution doit être limpide et incolore) et diluer à 200 ml.

R 4.3 Essais

R 4.3.1 Titre

Peser, à 0,000 1 g près, 1,5 g environ de l'échantillon et le dissoudre dans 20 ml environ d'eau.

Ajouter, à la solution, un mélange formé de 25 ml de solution de formaldéhyde à 35 % et de 25 ml d'eau, préalablement neutralisé en présence de phénolphthaléine (SI 4.3.9*). Après 30 min, ajouter 0,2 ml de la SI de phénolphthaléine et titrer avec une solution titrée d'hydroxyde de sodium, $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/l}$, jusqu'à l'obtention d'une faible coloration rose.

1,00 ml de solution d'hydroxyde de sodium, $c(\text{NaOH}) = 1,000 \text{ mol/l}$, correspond à 0,077 08 g de CH₃COONH₄.

R 4.3.2 pH

Déterminer le pH d'une solution de l'échantillon à 5 % conformément à la MG 31.1, en utilisant une électrode indicatrice en verre.

R 4.3.3 Chlorure

Prélever 20 ml de la solution d'essai (R 4.2) et appliquer la MG 2.

Préparer une solution témoin en utilisant 10 ml de la solution d'essai et 1 ml de la SE II de chlorure (1 ml \cong 0,000 5 % Cl).

R 4.3.4 Nitrate

Prélever 5 ml de la solution d'essai (R 4.2) et ajouter 0,2 ml de solution de brucine à 0,5 % dans de l'acide acétique (R 1), puis ajouter, avec précaution, en refroidissant et en mélangeant, 10 ml d'acide sulfurique (R 37).

La coloration jaune de la solution d'essai ne doit pas être plus intense que celle d'une solution témoin préparée de façon similaire en utilisant 1 ml de la SE II de nitrate (1 ml \cong 0,001 % NO₃).

R 4.3.5 Sulfate

Prélever 10 ml de la solution d'essai (R 4.2) et appliquer la MG 3.

Préparer une solution témoin en utilisant 4 ml de la SE II de sulfate (4 ml \cong 0,002 % SO₄).

R 4.3.6 Cuivre et plomb

Doser ces éléments par SAA conformément à la MG 29, en utilisant 30 g de l'échantillon, dans les conditions suivantes :

Élément	Concentration de la solution	Flamme	Raie de résonance nm
Cu	Solution d'essai (R 4.2) Utiliser le solvant d'extraction de la MG 35	Air-acétylène	324,7
Pb			217,0 ou 283,3

R 4.3.7 Fer

Prélever 20 ml de la solution d'essai (R 4.2) et appliquer la MG 8.1.

Préparer une solution témoin en utilisant 2 ml de la SE II de fer (2 ml \cong 0,000 5 % Fe).

R 4.3.8 Cendres sulfatées

Prélever 10 g de l'échantillon et appliquer la MG 16.

La masse du résidu ne doit pas dépasser 1 mg.

R 5 Ammonium chlorure NH₄Cl

Masse moléculaire relative : 53,49

R 5.1 Spécifications

Titre (NH ₄ Cl)	99,5 % min.
pH (solution à 5 %) : 4,5 à 5,5	
Phosphate (PO ₄)	0,000 5 % max.
Sulfate (SO ₄)	0,002 % max.
Calcium (Ca)	0,001 % max.
Fer (Fe)	0,000 2 % max.
Magnésium (Mg)	0,001 % max.
Potassium (K)	0,005 % max.
Sodium (Na)	0,005 % max.
Résidu après calcination (à 650 °C)	0,05 % max.

R 5.2 Préparation de la solution d'essai

Dissoudre 20 g de l'échantillon dans 100 ml d'eau (la solution doit être limpide et incolore) et diluer à 200 ml.

R 5.3 Essais

R 5.3.1 Titre

Peser, à 0,000 1 g près, 1 g environ de l'échantillon et le dissoudre dans 20 ml environ d'eau.

Ajouter, à la solution, un mélange formé de 25 ml de solution de formaldéhyde à 35 % et de 25 ml d'eau, préalablement neutralisé en présence de phénolphtaléine (SI 4.3.9*). Après 30 min, ajouter 0,2 ml de la SI de phénolphtaléine et titrer avec une solution titrée d'hydroxyde de sodium, $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/l}$, jusqu'à l'obtention d'une faible coloration rose.

1,00 ml de solution d'hydroxyde de sodium, $c(\text{NaOH}) = 1,000 \text{ mol/l}$, correspond à 0,053 49 g de NH₄Cl.

R 5.3.2 pH

Déterminer le pH d'une solution de l'échantillon à 5 % conformément à la MG 31.1, en utilisant une électrode indicatrice en verre.

R 5.3.3 Phosphate

Prélever 50 ml de la solution d'essai (R 5.2), ajouter 30 ml d'eau et appliquer la MG 4.

Préparer une solution témoin en utilisant 2,5 ml de la SE II de phosphate (2,5 ml \cong 0,000 5 % PO₄).

R 5.3.4 Sulfate

Prélever 20 ml de la solution d'essai (R 5.2) et appliquer la MG 3.

Préparer une solution témoin en utilisant 4 ml de la SE II de sulfate (4 ml \cong 0,002 % SO₄).

R 5.3.5 Calcium et magnésium

Doser ces éléments par SAA conformément à la MG 29, dans les conditions suivantes :

Élément	Concentration de la solution	Flamme	Raie de résonance nm
Ca	4 %	Air-acétylène	422,7
Mg			285,2

ISO 6353-2:1983

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6c0701c4-49c6-4848-abcb-6353-2-1983>

R 5.3.6 Fer

Prélever 20 ml de la solution d'essai (R 5.2) et appliquer la MG 8.1.

Préparer une solution témoin en utilisant 0,4 ml de la SE II de fer (0,4 ml \cong 0,000 2 % Fe).

R 5.3.7 Potassium et sodium

Doser ces éléments par SEF conformément à la MG 30, dans les conditions suivantes :

Élément	Concentration de la solution	Flamme	Longueur d'onde nm
K	4 %	Oxygène-acétylène	766,5
Na			589,0

R 5.3.8 Résidu après calcination

Prélever 2 g de l'échantillon et appliquer la MG 15.

La masse du résidu ne doit pas dépasser 1 mg.

R 6 Baryum chlorure dihydraté BaCl₂·2H₂O

Masse moléculaire relative : 244,28

R 6.1 Spécifications

Titre (BaCl ₂ ·2H ₂ O)	99 % min.
pH (solution à 5 %) : 5 à 8	
Azote total (N)	0,002 % max.
Calcium (Ca)	0,05 % max.
Fer (Fe)	0,000 2 % max.
Plomb (Pb)	0,001 % max.
Potassium (K)	0,005 % max.
Sodium (Na)	0,01 % max.
Strontium (Sr)	0,05 % max.

R 6.2 Essais

R 6.2.1 Titre

Peser, à 0,000 1 g près, 0,2 g environ de l'échantillon et le dissoudre dans 100 ml environ d'eau chaude.

Ajouter, à la solution, 100 ml d'éthanol (R 18) et 10 ml de la solution d'ammoniaque (R 3). Titrer avec une solution titrée d'EDTA, $c(\text{EDTA}) = 0,1 \text{ mol/l}$, en présence de mélange de bleu de méthylthymol (4.3.7*).

1,00 ml de solution d'EDTA, $c(\text{EDTA}) = 0,100 \text{ mol/l}$, correspond à 0,024 43 g de BaCl₂·2H₂O.

R 6.2.2 pH

Déterminer le pH d'une solution de l'échantillon à 5 % conformément à la MG 31.1, en utilisant une électrode indicatrice en verre.

R 6.2.3 Azote total

Dissoudre 1 g de l'échantillon dans 140 ml d'eau et appliquer la MG 6.

Préparer une solution témoin en utilisant 2 ml de la SE II d'azote (2 ml \cong 0,002 % N).

R 6.2.4 Calcium, fer, plomb et strontium

Doser ces éléments par SAA conformément à la MG 29, dans les conditions suivantes :

Élément	Concentration de la solution	Flamme	Raie de résonance nm
Ca	2 %	Air-acétylène	422,7
Fe	10 %		248,3
Pb	Utiliser le solvant d'extraction de la MG 35		217,0 ou 283,3
Sr	2 %		460,7

R 6.2.5 Potassium et sodium

Doser ces éléments par SEF conformément à la MG 30, dans les conditions suivantes :

Élément	Concentration de la solution	Flamme	Longueur d'onde nm
K	2 %	Oxygène-acétylène	766,5
Na			589,0

R 7 Chloroforme CHCl₃

Masse moléculaire relative : 119,38

R 7.1 Spécifications

Titre (CHCl ₃)	99 % min.
Éthanol (stabilisant)	0,3 à 1,0 %
Masse volumique : 1,471 à 1,484 g/ml	
Résidu après évaporation	0,001 % max.
Acidité (exprimée en millimoles de H ⁺)	0,03/100 g max.
Matières facilement carbonisables	Conforme à l'essai
Composés carbonylés (exprimés en CO)	0,005 % max.
Chlore libre	0,000 5 % max.
Chlorure (Cl)	0,000 1 % max.
Impuretés métalliques	Conforme à l'essai

R 7.2 Essais

R 7.2.1 Titre et éthanol

Appliquer la MG 34, dans les conditions suivantes :

Phase stationnaire	20 % de sébacate de bis(éthyl-2 hexyle)
Support	Chromosorb W [0,18 à 0,25 mm (60 à 80 mailles ASTM)]
Longueur de la colonne	2 m
Diamètre intérieur de la colonne	5 mm
Matériau pour la colonne	Acier inoxydable
Température de la colonne	60 °C
Température d'injection	150 °C
Température de détection	200 °C
Type du détecteur	À conductivité thermique
Gaz vecteur	Hélium
Débit	50 ml/min
Prise d'essai	5 µl

R 7.2.2 Masse volumique

Appliquer la MG 24.1.

R 7.2.3 Résidu après évaporation

Prélever 100 g (68 ml) de l'échantillon et appliquer la MG 14 en séchant le résidu durant 30 min.

La masse du résidu ne doit pas dépasser 1 mg.

R 7.2.4 Acidité

Prélever 74 g (50 ml) de l'échantillon et appliquer la MG 13.2 en titrant avec une solution titrée d'hydroxyde de sodium,

$c(\text{NaOH}) = 0,01 \text{ mol/l}$, en présence de phénolphaléine (SI 4.3.9*).

Le volume de la solution de titrage ne doit pas dépasser 2,2 ml.

R 7.2.5 Matières facilement carbonisables

Dans un flacon en verre muni d'un bouchon rodé, agiter énergiquement, durant 3 min, 20 ml de l'échantillon avec 15 ml de solution d'acide sulfurique à $95 \pm 0,5 \%$ et 0,2 ml de solution de formaldéhyde à 40 % (V/V). Laisser reposer le mélange à la température ambiante durant 30 min.

La phase acide inférieure doit rester incolore.

R 7.2.6 Composés carbonylés

Diluer 3 g (2 ml) de l'échantillon avec 15 ml de méthanol exempt de composés carbonylés (SR 4.2.11*). Prélever 2 ml de cette solution et appliquer la MG 23.

Préparer une solution témoin en utilisant 2 ml de la SE II de carbonyles (2 ml \cong 0,005 % CO).

R 7.2.7 Chlore libre

Dans une fiole conique en verre munie d'un bouchon rodé, agiter durant 2 min 35 g (24 ml) de l'échantillon avec 10 ml d'eau à laquelle ont été ajoutés 1 ml de solution d'iodure de potassium à 10 %, récemment préparée, et 2 gouttes d'empois d'amidon (SI 4.3.11*). Si une coloration bleue ou violette apparaît, titrer avec une solution titrée de thiosulfate de sodium, $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,01 \text{ mol/l}$, en agitant après chaque ajout.

Le volume de la solution de titrage ne doit pas dépasser 0,5 ml.

R 7.2.8 Chlorure

Dans une ampoule à décanter, introduire 10 g (6,8 ml) de l'échantillon, et ajouter 20 ml d'eau et 1 ml de solution d'acide nitrique à 25 %. Agiter durant 1 min, laisser les phases liquides se séparer et rejeter la phase chloroformique inférieure. Filtrer la phase aqueuse sur un papier filtre exempt de chlorure, ajouter 1 ml de solution de nitrate d'argent à 17 g/l environ et laisser reposer durant 2 min.

Toute opalescence ne doit pas être supérieure à celle d'une solution témoin préparée de façon similaire en utilisant 1 ml de la SE II de chlorure (1 ml \cong 0,000 1 % Cl).

R 7.2.9 Impuretés métalliques

Ajouter, à 50 ml de l'échantillon, 0,1 ml de solution de dithionite à 0,1 % dans le chloroforme.

La coloration de la solution d'essai doit être verte ou bleu-vert.

R 8 Acide citrique monohydraté

$C_6H_8O_7 \cdot H_2O$

Masse moléculaire relative : 210,14

R 8.1 Spécifications

Titre ($C_6H_8O_7 \cdot H_2O$)	99,5 % min.
Chlorure (Cl)	0,000 5 % max.
Oxalate (C_2O_4)	0,05 % max.
Phosphate (PO_4)	0,001 % max.
Sulfate (SO_4)	0,005 % max.
Cuivre (Cu)	0,000 5 % max.
Fer (Fe)	0,000 5 % max.
Plomb (Pb)	0,000 5 % max.
Matières facilement carbonisables	Conforme à l'essai
Cendres sulfatées	0,02 % max.

R 8.2 Préparation des solutions d'essai et de la solution de référence

R 8.2.1 Solution d'essai I

Dissoudre 5 g de l'échantillon dans une petite quantité d'eau et diluer à 50 ml.

R 8.2.2 Solution d'essai II

Ajouter, à 7 g de l'échantillon, 0,2 ml de solution de vanadate d'ammonium à 1 % et 15 ml d'acide nitrique (R 19). Faire digérer sur un bain d'eau bouillante dans un bécher couvert jusqu'à la fin de la réaction; enlever le couvercle et évaporer jusqu'à siccité.

Ajouter 10 ml d'acide nitrique (R 19) et procéder de nouveau à la digestion et à l'évaporation. Ajouter 5 ml de solution d'acide chlorhydrique à 20 % et évaporer jusqu'à siccité. Dissoudre le résidu dans une petite quantité d'eau contenant 1 ml de solution d'acide chlorhydrique à 20 %, filtrer si nécessaire et diluer à 50 ml.

R 8.2.3 Solution d'essai III

Dissoudre le résidu obtenu en R 8.3.9 (cendres sulfatées), contenu dans le creuset ou la capsule utilisés, dans 10 ml de solution d'acide chlorhydrique à 10 %. Couvrir le récipient, faire digérer sur un bain d'eau bouillante durant 10 min et diluer à 50 ml.

R 8.2.4 Solution de référence

Ajouter, à 2 g de l'échantillon, 5 ml de la SE I de phosphate (5 ml \cong 0,001 % PO_4) et 2,5 ml de la SE I de sulfate (2,5 ml \cong 0,005 % SO_4), et opérer de la même façon que pour la préparation de la solution d'essai II, en utilisant les mêmes quantités de tous les réactifs.

R 8.3 Essais

R 8.3.1 Titre

Peser, à 0,000 1 g près, 2,5 g environ de l'échantillon et les dissoudre dans 100 ml d'eau.

Ajouter, à la solution, 2 gouttes de phénolphaléine (SI 4.3.9*) et titrer avec une solution titrée d'hydroxyde de sodium, $c(NaOH) = 1 \text{ mol/l}$, jusqu'à l'obtention d'une coloration rose persistant durant 3 min.

1,00 ml de solution d'hydroxyde de sodium, $c(NaOH) = 1,000 \text{ mol/l}$, correspond à 0,070 05 g de $C_6H_8O_7 \cdot H_2O$.

R 8.3.2 Chlorure

Prélever 20 ml de la solution d'essai I (R 8.2.1) et appliquer la MG 2.

Préparer une solution témoin en utilisant 1 ml de la SE II de chlorure (1 ml \cong 0,000 5 % Cl).

R 8.3.3 Oxalate

Dissoudre 0,2 g de l'échantillon dans 10 ml d'eau et appliquer la MG 22.

Préparer une solution témoin en utilisant 10 ml de la SE II d'oxalate (10 ml \cong 0,05 % C_2O_4).

R 8.3.4 Phosphate

Prélever 20 ml de la solution d'essai II (R 8.2.2) et appliquer la MG 4.

Préparer une solution témoin en utilisant 20 ml de la solution de référence (R 8.2.4) (20 ml \cong 0,001 % PO_4).

R 8.3.5 Sulfate

Prélever 10 ml de la solution d'essai II (R 8.2.2) et appliquer la MG 3.

Préparer une solution témoin en utilisant 10 ml de la solution de référence (R 8.2.4) (10 ml \cong 0,005 % SO_4).

R 8.3.6 Cuivre et plomb

Doser ces éléments par SAA conformément à la MG 29, dans les conditions suivantes :

R 8 Acide citrique monohydraté

Élément	Concentration de la solution	Flamme	Raie de résonance nm
Cu	Solution d'essai III (R 8.2.3)	Air-acétylène	324,7
Pb			217,0 ou 283,3

R 8.3.7 Fer

Prélever 20 ml de la solution d'essai I (R 8.2.1) et appliquer la MG 8.1.

Préparer une solution témoin en utilisant 1 ml de la SE II de fer (1 ml \cong 0,000 5 % Fe).

R 8.3.8 Matières facilement carbonisables

Prélever 0,3 g d'échantillon pulvérisé et appliquer la MG 18 en utilisant 10 ml de solution d'acide sulfurique à $95 \pm 0,5$ % et en chauffant le mélange à 110 °C environ durant 30 min.

La coloration de la solution résultante ne doit pas être plus intense que celle de la solution étalon G (voir MG 18).

R 8.3.9 Cendres sulfatées

Prélever 10 g de l'échantillon et appliquer la MG 16.

La masse du résidu ne doit pas dépasser 2 mg.

Conserver ce résidu pour la préparation de la solution d'essai III (R 8.2.3).

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6353-2:1983

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8c6761c4-45e6-4848-abcb-de161dff09aa/iso-6353-2-1983>