NORME INTERNATIONALE

ISO 6353-3

Première édition 1987-12-01



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

Réactifs pour analyse chimique -

Partie 3:

Spécifications — Deuxième série iTeh STANDARD PREVIEW

Reagents for chemical analysis – (standards.iteh.ai)

Part 3: Specifications - Second series

ISO 6353-3:1987

https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0ba5fd7a-2146-453a-a2d2d594bbaed7e6/iso-6353-3-1987

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 normalement confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. 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. Les Normes internationales sont approuvées conformément aux procédures de l'ISO qui requièrent l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 6353-3 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 47,711

ISO 6353-3:1987

L'attention des utilisateurs est attirée sur le fait que toutes les Normes internationales a-2146-453a-a2d2-sont de temps en temps soumises à révision et que toute référence faite à une autre? Norme internationale dans le présent document implique qu'il s'agit, sauf indication contraire, de la dernière édition.

© Organisation internationale de normalisation, 1987 ●

Sommaire

. Pa	age
1 Objet et domaine d'application	1
2 Réactifs (abréviation: R), Spécifications — Deuxième série	1
R 41 Anhydride acétique	2
R 42 Ammonium et fer(II) sulfate hexahydraté	4
R 43 Ammonium et fer(III) sulfate dodécahydraté	5
R 44 Ammonium nitrate	6
R 45 Ammonium sulfate	8
R 46 Ammonium thiocyanate	9
R 47 Baryum hydroxyde octahydraté	10
iTeh STAR 48 Benzène	11 12
(- A - P. 50) - Acide borigue I *)	13
(sta R 50 Acide borique h.ai) R 51 Brome	15
R 52 Butanol-1, Alcool butylique	16
R 53 Calcium carbonate	17
s://standards.iteh.ai/cala59/scarbons_setrachlorure_2146-453a-a2d2-	18
d59 R 55 d Cobalt (II) chlorure hexahydraté	19
R 56 Diammonium oxalate monohydraté	20
R 57 Dichlorométhane	22
R 58 Diéthyle oxyde	23
R 59 Diméthylformamide	25
R 60 Dioxanne-1,4	26
R 61 Disodium tétraborate décahydraté	27
R 62 Éthyle acétate	28
R 63 Formaldéhyde (solution)	29
R 64 Glycérol	30
R 65 Hexaammonium heptamolybdate tétrahydraté	32
R 66 Acide bromhydrique	33
R 67 Acide fluorhydrique	35
R 68 lode	36
R 69 Fer(II) sulfate heptahydraté	37
R 70 Acide L-ascorbique	39
R 71 Plomb(II) acétate trihydraté	40
R 72 Mercure(II) chlorure	41 43
R 73 Éther de pétrole 40/60	43
R 74 Phosphore(V) oxyde	45
R 75 Potassium bromate	46
R 77 Potassium chlorure	48
R 78 Potassium cyanure	50
R 79 Potassium dihydrogénophosphate	52
R 80 Potassium hexacyanoferrate(II) trihydraté	53
R 81 Potassium hexacyanoferrate(III)	54
R 82 Potassium hydrogénophtalate	55
R 83 Potassium iodate	56
R 84 Potassium nitrate	58
R 85 Potassium sulfate	60
R 86 Potassium thiocyanate	61

R 87	Propanol-2	62
R 88	Sodium fluorure	63
R 89	Sodium hydrogénocarbonate	65
R 90	Sodium nitrate	
R 91	Sodium peroxyde	69
	Amidon soluble	
	Acide (+) tartrique	
	Trisodium citrate dihydraté	
R 95	Xylène	74
R 96	Zinc chlorure	75
R 97		
Index als	phabétique français	78

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 6353-3:1987 https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0ba5fd7a-2146-453a-a2d2-d594bbaed7e6/iso-6353-3-1987

Réactifs pour analyse chimique -

Partie 3:

Spécifications — Deuxième série

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

1 Objet et domaine d'application

Dans la présente partie de l'ISO 6353, les numéros de référence ISO 6353-3:1987 suivis d'un astérisque renvoient à l'édition de 1982 de

La présente partie de l'ISO 6353 donne des spécifications et ls/sist/UISO 6353-146-453a-a2d2-indique les méthodes d'essai à utiliser pour vérifier la conforo-6353-3-1987 mité à ces spécifications d'une deuxième série de réactifs utilisés en chimie analytique, dont la numérotation continue celle de la première série spécifiée dans l'ISO 6353-2.

Réactifs (abrévia Deuxième série

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).

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

Remarques générales

- 1 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.
- 2 Pour tous les dosages du fer, il ne doit pas être utilisé de méthodes spectrométriques d'absorption moléculaire comme celles spécifiées dans l'ISO 6685; les dosages seront effectués en utilisant une solution témoin comme cela est prescrit dans la présente partie de l'ISO 6353.
- 3 Les noms triviaux des indicateurs colorés sont utilisés dans le texte et leur nomenclature IUPAC est donnée en notes de bas de page.

R 41 Anhydride acétique (CH₃CO)₂O

Masse moléculaire relative: 102.09

R 41.1 Spécifications

Titre [(CH ₃ CO) ₂ O]	97 % min.
Résidu après évaporation	0,003 % max.
Chlorure (Cl)	0,000 5 % max.
Sulfate (SO ₄)	0,000 5 % max.
Cuivre (Cu)	0,000 1 % max.
Fer (Fe)	0,000 5 % max.
Plomb (Pb)	0,000 1 % max.
Matières réductrices au permanganate (exprimées en O)	0,02 % max.

Ajouter 0,20 à 0,25 ml de solution d'indicateur (SI)2) constitué d'un mélange de jaune de méthyle³⁾ et de bleu de méthylène⁴⁾.

Titrer le contenu de chaque fiole avec une solution méthanolique titrée d'acide chlorhydrique, $c(HCI) = 0.5 \text{ mol/I},^{1)}$ jusqu'au virage de la coloration verte à la coloration ambre.

1,00 ml de solution méthalonique d'acide chlorhydrique. c(HCI) = 0,500 mol/l, correspond à 0,051 05 g de(CH₃CO)₂O.

R 41.2 Préparation de la solution d'essai

R 41.3.2 Résidu après évaporation

Prélever 50 g (46 ml) de l'échantillon et appliquer la MG 14 en séchant le résidu durant 30 min.

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

Diluer 37 ml (40 g) de l'échantillon à 200 ml avec de l'eau DARD PREVIEV $(1 \text{ ml} \triangleq 0.2 \text{ g}).$

R 41.3.3 Chlorure

R 41.3 Essais

Diluer 10 ml de la solution d'essai (R 41.2) avec 20 ml d'eau et appliquer la MG 2.

d594bbaed7e@hlorurg313ml9\particle 70,000 5 % CI).

R 41.3.1 Titre

Introduire, à l'aide d'une pipette, 50 ml de solution méthanolique de morpholine (SR) 1) dans chacune des deux fioles coniques de 250 ml munies de bouchons rodés.

Peser, à 0,000 1 g près, 1,8 à 2,0 g de l'échantillon à l'aide d'une pipette de Lunge, l'introduire dans la première fiole, et agiter pour dissoudre. Garder la seconde fiole pour déterminer la quantité de morpholine mélangée à la prise d'essai. Laisser reposer les fioles à la température ambiante durant 5 min.

R 41.3.4 Sulfate

https://standards.iteh.ai/catalog/stanPréparer/Une5solution4temoin-endutilisant 1 ml de la SE II de

Ajouter, à 50 ml de la solution d'essai (R 41.2), 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 10 ml d'eau et appliquer la MG 3.

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

Solutions de réactifs (SR)

a) Acide chlorhydrique, solution méthanolique titrée, c(HCI) = 0.5 mol/I.

Transvaser 84 ml de solution d'acide chlorhydrique, c(HCI) = 6 mol/I, dans une fiole jaugée de 1 000 ml et compléter au volume avec du méthanol (R 18). Étalonner chaque jour avec une solution titrée d'hydroxyde de sodium, c(NaOH) = 0,5 mol/l, en présence de 0,2 ml de phénolphtaléine (SI 4.3.9*) [nomenclature IUPAC: (hydroxy-4 phényl)-3,3 phtalide]. Le réactif est plus facilement manipulé avec un système de burette automatique.

b) Morpholine, solution méthanolique à 0,5 mol/l.

Diluer 44 ml de morpholine redistillée avec du méthanol (R 18) et compléter à 1 litre. Pour faciliter les prélèvements, équiper le flacon avec un bouchon en caoutchouc percé de deux trous et introduire une pipette de 50 ml dans l'un des trous de sorte que la pointe plonge en dessous de la surface du liquide. À travers l'autre trou, introduire un court tronçon de tube de verre relié à une poire en caoutchouc.

2) Solution d'indicateur (SI)

Jaune de méthyle-bleu de méthylène, solution mixte.

Dissoudre 1,0 g de jaune de méthyle CI 11020 et 0,1 g de bleu de méthylène CI 52015 dans 125 ml de méthanol (R 18),

- 3) Nomenclature IUPAC: diméthylamino-4 azobenzène.
- Nomenclature IUPAC: chlorure de (diméthylamino)-3,7 phénothiazinyle.

R 41 Anhydride acétique

R 41.3.5 Cuivre, fer 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	Évaporer 37 ml (40 g) de l'échantillon; dissoudre		324,7
Fe	le résidu dans 3 ml d'acide chlorhydrique	Air-acétylène	248,3
Pb	(R 13) chaud et diluer à 20 ml avec de l'eau		217,0

R 41.3.6 Matières réductrices au permanganate

Ajouter, à 10 ml de la solution d'essai (R 41.2), 0,5 ml de solution de permanganate de potassium à 0,32 % et laisser reposer durant 5 min.

La coloration rose ne doit pas avoir complétement disparu.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 6353-3:1987 https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0ba5fd7a-2146-453a-a2d2-d594bbaed7e6/iso-6353-3-1987

R 42 Ammonium et fer(II) sulfate hexahydraté (NH₄)₂Fe(SO₄)₂,6H₂O

Masse moléculaire relative: 392,14

R 42.1 Spécifications

Titre [$(NH_4)_2$ Fe $(SO_4)_2$,6 H_2O]	99 % min.
pH (solution à 5 %)	3 à 5
Chlorure (CI)	0,001 % max.
Phosphate (PO ₄)	0,002 % max.
Calcium (Ca)	0,01 % max.
Cuivre (Cu)	0,002 % max.
Fer(III) (Fe)	0,02 % max.
Plomb (Pb)	0,002 % max.
Magnésium (Mg)	0,01 % max.
Manganèse (Mn)	0,05 % max.
Potassium (K)	0,01 % max.
Sodium (Na)	0,01 % max.
Zinc (Zn)	0.003 % max.

R 42.3.4 Phosphate

Dissoudre 1 g de l'échantillon dans 20 ml d'eau, oxyder avec 4 ml d'acide nitrique (R 19) et éliminer les oxydes d'azote en portant à l'ébullition. Refroidir, diluer à 80 ml avec de l'eau et appliquer la MG 4.

Préparer une solution témoin en utilisant 2 ml de la SE II de phosphate (2 ml $\stackrel{\triangle}{=}$ 0,002 % PO₄).

R 42.3.5 Calcium, cuivre, plomb, magnésium, manganèse et zinc

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

R 42.2 Préparation de la solution d'essai

Dissoudre 10 g de l'échantillon dans de l'eau en ajoutant 2 ml de solution d'acide sulfurique à 96 % et diluer à 200 ml avec de l'eau (la solution doit être limpide).

https://standards.iteh.ai/catalog/st d594bbaed7

Raie de Concentration de Élément Flamme résonance la solution nm Cca. en.ai 422,7 Cu Solution d'essai (R 42.2) 324.7 **P6** 217,0 ou 283,3 Air-acétylène args Mg 10 ml de la solution 3a-285,2 d'essai (R 42.2) Mn dilués à 100 ml 279,5 Zn Solution d'essai (R 42.2) 213,9

R 42.3 Essais

R 42.3.1 Titre

Peser, à 0,000 1 g près, 1,5 g environ de l'échantillon, le dissoudre dans de l'eau et ajouter 20 ml de solution d'acide sulfurique à 16 % et 2 ml d'acide phosphorique (R 22).

Titrer avec une solution titrée de permanganate de potassium, $c(1/5 \text{ KMnO}_4) = 0,1 \text{ mol/l}$, jusqu'à l'obtention d'une faible coloration rose.

1,00 ml de solution de permanganate de potassium, $c(1/5 \text{ KMnO}_4) = 0,100 \text{ mol/I}$, correspond à 0,039 214 g de $(NH_4)_2Fe(SO_4)_2,6H_2O$.

R 42.3.2 pH

Déterminer le pH d'une solution de l'échantillon à 5 % conformément à la MG 31.1, en utilisant un pH-mètre étalonné.

R 42.3.3 Chlorure

Prélever 30 ml de la solution d'essai (R 42.2), ajouter 5 ml d'acide nitrique (R 19), chauffer jusqu'à l'ébullition, refroidir et appliquer la MG 2.

Préparer une solution témoin en utilisant 10 ml de solution d'essai et 1 ml de la SE II de chlorure (1 ml \cong 0,001 % CI).

R 42.3.6 Fer(III)

Dans un tube à essais, dissoudre 0,5 g de l'échantillon dans 10 ml d'eau exempte de dioxyde de carbone contenant 0,5 ml de solution d'acide chlorhydrique à 25 %. Ajouter 2 ml de solution d'acide sulfo-5 salicylique à 10 % et boucher le tube à essais.

Après 15 min, la coloration rouge de la solution résultante ne doit pas être plus intense que celle d'une solution témoin préparée de façon similaire en utilisant 5 ml de la SE II de fer $(5 \text{ ml} \cong 0.01 \% \text{ Fe})$.

R 42.3.7 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	0 1 2 2 2 2 2 2 2		766,5
Na	Solution d'essai (R 42.2)	Air-acétylène	589,0

Ammonium et fer(III) sulfate dodécahydraté R 43 NH₄Fe(SO₄)₂,12H₂O

Masse moléculaire relative: 482,18

R 43.1 Spécifications

Titre [NH ₄ Fe(SO ₄) ₂ ,12H ₂ O]	99 % min.
Matières insolubles dans l'eau .	0,005 % max.
Chlorure (CI)	0,000 5 % max.
Cuivre (Cu)	0,002 % max.
Fer(II) (Fe)	0,001 % max.
Plomb (Pb)	0,001 % max.
Magnésium (Mg)	0,001 % max.
Manganèse (Mn)	0,005 % max.
Potassium (K)	0,01 % max.
Sodium (Na)	0,01 % max.
Zinc (Zn)	0,003 % max.

R 43.2.4 Cuivre, plomb, magnésium, manganèse et zinc

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	10 %		324,7
Pb			217,0 ou 283,3
Mn		Air-acétylène	279,5
Mg	1 %		285,2
Zn			213,9

R 43.2 Essais

iTeh STANDARD PREVIEW R 43.2.5 Fer(II)

R 43.2.1 Titre

soudre dans 20 ml d'eau. Ajouter 5 ml de solution d'acide chlorhydrique à 15 %, 3 g d'iodure de potassium (R 25) et laisser reposer à l'obscurité durant 5 min.

Titrer avec une solution titrée de thiosulfate de sodium, $c(Na_2S_2O_3) = 0.1 \text{ mol/l}$, en ajoutant, vers la fin du titrage, de l'empois d'amidon (SI 4.3.11*).

1,00 ml de solution de thiosulfate de sodium, $c(Na_2S_2O_3) = 0,100 \text{ mol/l}, \text{ correspond à 0,048 22 g de}$ NH₄Fe(SO₄)₂,12H₂O.

R 43.2.2 Matières insolubles dans l'eau

Prélever 20 g de l'échantillon et appliquer la MG 1.

La masse du résidu ne doit pas dépasser 1 mg.

R 43.2.3 Chlorure

Dissoudre 2 g d'échantillon dans 50 ml d'eau et appliquer la MG 2.

Préparer une solution témoin en utilisant 1 ml de la SE II de

(standards.itehanie) 1,5 g de l'échantillon dans 30 ml d'eau, ajouter 1 ml de solution d'acide sulfurique à 15 % et 0,1 ml de solution Peser, à 0,000 1 g près, 2 g environ de l'échantillon et les dis-3,1987 d'hexacyanoferrate(III) de potassium à 5 % récemment pré**parée** 7a-2146-453a-a2d2

> Comparer la coloration bleue de la solution résultante avec celle d'une solution témoin préparée en utilisant 0,5 g de l'échantillon, 30 ml d'eau, 1 ml de solution d'acide sulfurique à 15 %. 0,1 ml de solution d'hexacyanoferrate(III) de potassium à 5 % récemment préparée et 0,1 ml d'une solution obtenue en dissolvant 0,5 g de sulfate de fer(II) heptahydraté (FeSO₄,7H₂O) dans une solution obtenue en diluant 10 ml de solution d'acide sulfurique à 15 % à 1 000 ml avec de l'eau $[0,1 \text{ ml} \triangleq 0,001 \% \text{ Fe(II)}].$

R 43.2.6 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
К	2 %	Air-acétylène	766,5
Na	1 %		589,0

R 44 Ammonium nitrate NH₄NO₃

Masse moléculaire relative: 80,04

R 44.1 **Spécifications**

Titre (NH ₄ NO ₃)	99 % min.
Cendres sulfatées	0,01 % max.
pH (solution à 5 %)	4,5 à 6,0
Calcium (Ca)	0,003 % max.
Chlorure (CI)	0,000 5 % max.
Nitrite (NO ₂)	0,000 5 % max.
Phosphate (PO ₄)	0,001 % max.
Sulfate (SO ₄)	0,005 % max.
Fer (Fe)	0,000 5 % max.
Métaux lourds (exprimés en Pb)	0,000 5 % max.

R 44.3.4 Calcium

Doser cet élément par SAA conformément à la MG 29, dans les conditions suivantes:

Élément	Concentration de la solution	Flamme	Raie de résonance nm
Ca	10 %	Air-acétylène	422,7

R 44.3.5 Chlorure

Prélever 20 ml de la solution d'essai (R 44,2) et appliquer la MG 2

R 44.2 Préparation de la solution d'essai

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

Préparer une solution témoin en utilisant 1 ml de la SE II de aras.iten.aij

R 44.3 **Essais**

R 44.3.6 Nitrite

https://standards.iteh.ai/catalog/stapdards/sist/2 bg 5/27-21/10-4 5/3 ml d'eau et ajouter 1 ml d594bbacd7de/isolution-d'acide sulfurique à 10 % et 1 ml de solution de dichlorhydrate de m-phénylènediamine à 0,5 %.

> La coloration jaune-brun ne doit pas être plus intense que celle d'une solution témoin préparée de facon similaire en utilisant 1 ml de la SE II de nitrite (1 ml \triangleq 0,000 5 % NO₂).

> NOTE - La solution de phénylènediamine doit être incolore; sinon, elle doit être décolorée avec du charbon actif.

R 44.3.1 Titre

Peser, à 0,000 1 g près, 3 g de l'échantillon et les dissoudre dans 50 ml d'eau.

Ajouter, à la solution, un mélange formé de 20 ml de solution de formaldéhyde (R 63) et de 20 ml d'eau, préalablement neutralisé avec une solution d'hydroxyde de sodium.

c(NaOH) = 1 mol/I, en présence de 0,2 ml de phénolphtaléine (SI 4.3.9*). Mélanger, laisser reposer durant 30 min, puis titrer avec une solution titrée d'hydroxyde de sodium,

c(NaOH) = 1 mol/l, jusqu'à l'obtention d'une coloration rosepâle persistant durant 5 min.

1,00 ml de solution d'hydroxyde de sodium, $c(NaOH) = 1,000 \text{ mol/I}, \text{ correspond à 0,080 04 g de } NH_4NO_3.$

R 44.3.2 Cendres sulfatées

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

La masse du résidu ne doit pas dépasser 1 mg.

Conserver ce résidu pour le dosage du fer.

R 44.3.3 pH

Déterminer le pH d'une solution de l'échantillon à 5 % conformément à la MG 31.1, en utilisant un pH-mètre étalonné.

R 44.3.7 Phosphate

Prélever 20 ml de la solution d'essai (R 44.2) et appliquer la

Préparer une solution témoin en utilisant 2 ml de la SE II de phosphate (2 ml \triangleq 0,001 % PO₄).

R 44.3.8 Sulfate

Dissoudre 2 g de l'échantillon dans 10 ml d'eau chaude, ajouter 1 ml de solution de carbonate de sodium à 1 %, évaporer et calciner doucement jusqu'à ce que le nitrate d'ammonium soit volatilisé. Ajouter, au résidu, 10 ml d'eau, 1 ml de solution d'acide chlorhydrique à 3,65 %, quelques gouttes d'eau de brome et faire bouillir durant 1 min. Filtrer, si nécessaire, laver avec de l'eau, diluer jusqu'à 20 ml et appliquer la MG 3.

Préparer une solution témoin en utilisant 1 ml de la SE I de sulfate (1 ml \triangleq 0,002 % SO₄).

R 44 Ammonium nitrate

R 44.3.9 Fer

Doser cet élément par SAA conformément à la MG 29, dans les conditions suivantes:

Élément	Concentration de la solution	Flamme	Raie de résonance nm
Fe	Dissoudre le résidu pro- venant des cendres sul- fatées dans 3 ml d'acide chlorhydrique (R 13) chaud et diluer à 50 ml avec de l'eau	Air-acétylène	248,3

R 44.3.10 Métaux lourds

Prélever 20 ml de la solution d'essai (R 44.2) et appliquer la MG 7.

Préparer une solution témoin en utilisant 1 ml de la SE II de plomb (1 ml riangleq 0,000 5 % Pb).

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 6353-3:1987 https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0ba5fd7a-2146-453a-a2d2-d594bbaed7e6/iso-6353-3-1987

R 45 Ammonium sulfate (NH₄)₂SO₄

Masse moléculaire relative: 132,14

R 45.1 **Spécifications**

Titre $[(NH_4)_2SO_4]$	99,0 % min.
Cendres sulfatées	0,01 % max.
pH (solution à 5 %)	4,8 à 6,0
Chlorure (CI)	0,000 5 % max.
Phosphate (PO ₄)	0,001 % max.
Arsenic (As)	0,000 02 % max.
Fer (Fe)	0,000 5 % max.
Métaux lourds (exprimés en Pb)	0,000 5 % max.

R 45.2 Préparation de la solution d'essai

Dissoudre 20 g de l'échantillon dans 100 ml d'eau et diluer à

200 ml (la solution doit être limpide et incolore).

R 45.3.4 Chlorure

Prélever 20 ml de la solution d'essai (R 45.2) et appliquer la MG 2.

Préparer une solution témoin en utilisant 1 ml de la SE II de

R 45.3.5 Phosphate

Prélever 20 ml de la solution d'essai (R 45.2) et appliquer la MG 4.

Préparer une solution témoin en utilisant 2 ml de la SE II de phosphate (2 ml \triangleq 0,001 % PO₄).

R 45.3 Essais

R 45.3.1 Titre

https://standards.iteh.ai/catalog/si d594bbaed Peser, à 0,000 1 g près, 2 g de l'échantillon et les dissoudre

dans 40 ml d'eau. Ajouter, à la solution, un mélange formé de 20 ml de solution

de formaldéhyde (R 63) et de 20 ml d'eau, préalablement neutralisé avec une solution d'hydroxyde de sodium, c(NaOH) = 1 mol/l, en présence de 0,2 ml de phénolphtaléine (SI 4.3.9*). Mélanger, laisser reposer durant 30 min, puis titrer

avec une solution titrée d'hydroxyde de sodium, c(NaOH) = 1 mol/I, jusqu'à l'obtention d'une coloration rose pâle persistant durant 5 min.

1,00 ml de solution d'hydroxyde de sodium, c(NaOH) = 1,000 mol/I, correspond à 0,066 07 g(NH₄)₂SO₄.

R 45.3.2 Cendres sulfatées

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

La masse du résidu ne doit pas dépasser 1 mg.

Conserver ce résidu pour le dosage du fer.

R 45.3.3 pH

Déterminer le pH d'une solution de l'échantillon à 5 % conformément à la MG 31.1, en utilisant un pH-mètre étalonné.

ISO Prélever 50 ml de la solution d'essai (R 45.2) et appliquer la MGards/sist/0ba5fd7a-2146-453a-a2d2-

Préparer une solution témoin en utilisant 1 ml de la SE III

R 45.3.7 Fer

Doser cet élément par SAA conformément à la MG 29, dans les conditions suivantes:

Élément	Concentration de la solution	Flamme	Raie de résonance nm
Fe	Dissoudre le résidu pro- venant des cendres sul- fatées dans 3 ml d'acide chlorhydrique (R 13) chaud et diluer à 50 ml avec de l'eau	Air-acétylène	248,3

R 45.3.8 Métaux lourds

Prélever 20 ml de la solution d'essai (R 45.2) et appliquer la MG 7.

Préparer une solution témoin en utilisant 1 ml de la SE II de plomb (1 ml \triangleq 0,000 5 % Pb).

Ammonium thiocyanate R 46 **NH**₄SCN

Masse moléculaire relative: 76,12

R 46.1 Spécifications

Titre (NH ₄ SCN)	98,0 % min.
pH (solution à 5 %)	4,5 à 6,0
Chlorure (CI)	0,005 % max.
Sulfate (SO ₄)	0,005 % max.
Sulfure (S)	0,001 % max.
Cuivre (Cu)	0,000 5 % max.
Fer (Fe)	0,000 1 % max.
Plomb (Pb)	0,000 5 % max.
Matières consommant de l'iode	
(exprimées en I)	0,025 % max.
Cendres sulfatées	0,03 % max.

R 46.2 Essais

iTeh STANDARD

R 46.2.1 Titre

Peser, à 0,000 1 g près, 0,28 à 0,32 g de l'échantillon et le dis-3,1087 soudre dans 50 ml d'eau. https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/(Pa46/2:621@uivre-relet2et plomb

Ajouter, à la solution, 5 ml de la solution d'acide nitrique à 25 % et 50,0 ml de solution titrée de nitrate d'argent, $c(AgNO_3) = 0.1 \text{ mol/l}$. Titrer avec une solution titrée de thiocyanate de potassium, c(KSCN) = 0,1 mol/l, en présence de sulfate double d'ammonium et de fer(III) (SI 4.3.1*), jusqu'au début de coloration rose pâle.

1,00 ml de solution de nitrate d'argent, $c(AgNO_3) = 0,100 \text{ mol/l}, \text{ correspond à 0,007 612 g de}$ NH₄SCN.

R 46.2.2 pH

Déterminer le pH d'une solution de l'échantillon à 5 % conformément à la MG 31.1, en utilisant un pH-mètre étalonné.

R 46.2.3 Chlorure

Dissoudre 1 g de l'échantillon dans 15 ml d'eau, ajouter 10 ml de peroxyde d'hydrogène (R 14) et 2 ml de solution d'hydroxyde de sodium à 10 %. Chauffer et agiter soigneusement. Après réaction, ajouter à nouveau 10 ml de peroxyde d'hydrogène (R 14), faire bouillir durant 5 min, refroidir, ajouter 10 ml de solution d'acide nitrique à 25 % et diluer à 50 ml avec de l'eau. Appliquer la MG 2.

Préparer une solution témoin en utilisant 5 ml de la SE II de chlorure et les mêmes quantités de réactifs que celles utilisées pour l'essai (5 ml ≙ 0,005 % Cl).

R 46.2.4 Sulfate

Dissoudre 2 g de l'échantillon dans 20 ml d'eau et appliquer la MG 3.

Préparer une solution témoin en utilisant 1 ml de la SE I de sulfate (1 ml \cong 0,005 % SO₄).

R 46.2.5 Sulfure

Dissoudre 2 g de l'échantillon dans 20 ml d'eau, ajouter 20 ml d'ammoniaque (R 3) et 3 ml de solution de nitrate d'argent à 1.7 %.

AVERTISSEMENT — La solution ammoniacale d'argent peut être explosive; en conséquence, la solution doit être rejetée immédiatement après l'essai.

Comparer le brunissement éventuel avec celui produit en traitant de facon similaire 2 ml d'une SE II de sulfure obtenue par (standards.it dilution d'une SE I de sulfure récemment préparée $(2 \text{ ml} \triangleq 0,001 \% \text{ S}).$

Doser ces éléments par SAA conformément au mode opératoire avec extraction dans un solvant décrit dans la MG 35, dans les conditions suivantes:

Élément	Concentration de la solution	Flamme	Raie de résonance nm
Cu	5 %		324,7
Pb		Air-acétylène	217,0 ou 283,3
Fe	20 %		248,3

R 46.2.7 Matières consommant de l'iode

Dissoudre 5 g de l'échantillon dans 45 ml d'eau, ajouter 1 ml de solution d'acide sulfurique à 20 %, 1 g d'iodure de potassium (R 25) et titrer avec une solution titrée d'iode, $c(1/2 l_2) = 0.01 \text{ mol/l}$, en présence d'empois d'amidon

(SI 4.3.11*).

Le volume de la solution de titrage ne doit pas dépasser 1 ml $(1 \text{ ml} \triangleq 0,025 \% \text{ l}).$

R 46.2.8 Cendres sulfatées

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

La masse du résidu ne doit pas dépasser 3 mg.

R 47 Baryum hydroxyde octahydraté $Ba(OH)_2,8H_2O$

Masse moléculaire relative: 315,48

R 47.1 Spécifications

Titre [Ba(OH) ₂ ,8H ₂ O]	98,0 % min.
Matières insolubles dans l'acide	
chlorhydrique	0,005 % max.
Carbonate (exprimé en BaCO ₃)	2,0 % max.
Chlorure (CI)	0,001 % max.
Sulfure (S)	0,001 % max.
Calcium (Ca)	0,05 % max.
Fer (Fe)	0,001 % max.
Plomb (Pb)	0,001 % max.
Strontium (Sr)	1,5 % max.

c(HCI) = 1 mol/I, faire bouillir, refroidir et titrer avec une solution titrée d'hydroxyde de sodium, c(NaOH) = 1 mol/l.

Le volume de la solution de titrage ne doit pas être inférieur à $0.75 \text{ ml } (0.75 \text{ ml } \cong 2.0 \% \text{ BaCO}_2).$

R 47.2.4 Chlorure

Dissoudre 1 g de l'échantillon dans un mélange formé de 2 ml d'acide nitrique à 25 % et de 48 ml d'eau. Faire bouillir durant 1 min, refroidir et appliquer la MG 2.

Préparer une solution témoin en utilisant 1 ml de la SE II de

R 47.2 Essais

iTeh STANDARD PREVIEW

(standa Rd 72.5t cs off are)

R 47.2.1 Titre

dre dans 100 ml d'eau exempte de dioxyde de carbone et titrer log/statate de plomb (basique) (SR 4.2.10*). avec une solution titrée d'acide chlorhydrique. c(HCI) = 1 mol/I, en présence de phénolphtaléine (SI 4.3.9*).

Conserver cette solution pour l'essai du carbonate.

1,00 ml de solution d'acide chlorhydrique, c(HCI) = 1,000 mol/I, correspond à 0,157 7 g deBa(OH)2,8H2O.

R 47.2.2 Matières insolubles dans l'acide chlorhydrique

Dissoudre 20 g de l'échantillon dans un mélange formé de 15 ml d'acide chlorhydrique (R 13) et de 400 ml d'eau. Diluer à 500 ml avec de l'eau et filtrer à travers un creuset filtrant en verre fritté de porosité P 40 (dimension des pores 16 à 40 μm), laver le résidu à l'eau et sécher à 105 °C jusqu'à l'obtention d'une masse constante.

La masse du résidu ne doit pas dépasser 1 mg.

R 47.2.3 Carbonate

Ajouter, à la solution conservée lors de la détermination du titre (R 47.2.1), 2 ml de solution titrée d'acide chlorhydrique,

Dissoudre 1 g de l'échantillon dans un mélange formé de 4 ml Peser, à 0,000 1 g près, 6 g environ de l'échantillon, les dissou- ISO (d'éau et de 5 ml d'acide acétique (R 1). Ajouter 0,5 ml d'acé-

d594bbaed7e6/iso-6353-3-1987

Comparer le brunissement éventuel avec celui produit en traitant de façon similaire 1 ml d'une SE II de sulfure, obtenue par dilution d'une SE I de sulfure récemment préparée $(1 \text{ ml} \triangleq 0.001 \% \text{ S}).$

R 47.2.6 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	0.5.0/		422,7
Sr	0,5 %	Air-acétylène	460,7
Fe	Dissoudre 3 g de l'échantillon dans 150 ml d'eau et appli- quer le mode opératoire		248,3
Pb	d'extraction dans un solvant conformément à la MG 35		217,0 ou 283,3

R 48 Benzène CaHa

Masse moléculaire relative: 78,11

R 48.1 Spécifications

Coloration en unités Hazen 10 max. Masse volumique à 20 °C 0,877 à 0,879 g/ml Température de cristallisation 5,2 °C min. Résidu après évaporation 0,001 % max. Acidité (exprimée en millimoles de H +) 0,01/100 g max. Alcalinité (exprimée en millimoles de OH-) 0,01/100 g max. Matières facilement carbonisables . . Conforme à l'essai Composés soufrés (exprimés en S) . 0,003 % max. Thiophène (C_4H_4S) 0,000 2 % max. Eau (H₂O) 0,05 % max.

R 48.2 Essais

R 48.2.1 Coloration en unités Hazen A A A R D

Appliquer la MG 36.

R 48.2.2 Masse volumique

Appliquer la MG 24.1.

R 48.2.3 Titre

Appliquer la MG 34, dans les conditions suivantes:

huile de silicone Support Chromosorb P [0.15 à 0.18 mm (80 à 100 mailles ASTM)]

Longueur de la colonne 2 à 4 m Diamètre intérieur de la colonne ... 3 mm

Matériaux pour la colonne Acier inoxydable

ou verre Température de la colonne 70 °C Température d'injection 100 °C

Température de détection 200 °C environ Type du détecteur À ionisation de flamme

Gaz vecteur Azote

Débit 30 ml/min environ

Prise d'essai 0,1 µl

R 48.2.4 Température de cristallisation (température de solidification)

Appliquer la MG 25.3.

R 48.2.5 Résidu après évaporation

Prélever 100 g (114 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 48.2.6 Acidité

Prélever 88 g (100 ml) de l'échantillon et appliquer la MG 13.2 en titrant avec une solution titrée d'hydroxyde de sodium, c(NaOH) = 0.01 mol/I, en présence de phénolphtaléine (SI 4.3.9*).

Le volume de la solution de titrage ne doit pas dépasser 0.45 ml.

R 48.2.7 Alcalinité

Prélever 88 g (100 ml) de l'échantillon et appliquer la MG 13.2 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*)1).

(standards.it Le volume de la solution de titrage ne doit pas dépasser

ISO 6353-3:1987R 48.2.8 Matières facilement carbonisables

https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/(Agitel 78,8 lgl (140 ml) a de2 l'échantillon avec 5 ml de solution d594bbaed7e6/iso-6353 d/acide/ sulfurique à 95,4 \pm 0,5 % durant 15 à 20 s et laisser reposer durant 15 min.

> La phase benzénique ne doit pas être colorée et la coloration de la phase acide ne doit pas être plus intense que celle d'une solution étalon de coloration contenant, par litre, 5 g de chlorure de cobalt(II) hexahydraté, 40 g de chlorure de fer(III) hexahydraté et 20 ml d'acide chlorhydrique (R 13).

R 48.2.9 Composés soufrés

Prélever 2 g (2,3 ml) de l'échantillon et appliquer la MG 21.

Préparer une solution témoin en utilisant 6 ml de la SE II de sulfure (6 ml \triangleq 0,003 % S).

R 48.2.10 Thiophène

Dans un tube à essais, propre et sec, introduire 5 ml d'isatine (SI 4.3.4*)2), puis verser avec soin sur l'isatine introduite 5 ml de l'échantillon afin d'obtenir une couche distincte, et laisser reposer durant 1 h.

Aucune coloration bleue ou verte ne doit être observée à la surface de contact des deux liquides.

R 48.2.11 Eau

Prélever 17,6 ou 18 g (20 ml) de l'échantillon et appliquer la MG 12 en utilisant 20 ml de méthanol (R 18) comme solvant.

¹⁾ Nomenclature IUPAC: acide (diméthylamino-4 phénylazo)-2 benzoïque.

²⁾ Nomenclature IUPAC: indolinedione-2,3.