

ISO

ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

RECOMMANDATION ISO R 714

ANALYSE CHIMIQUE DES ZINCS

DOSAGE PHOTOMÉTRIQUE DU FER

1^{ère} ÉDITION

Mai 1968

REPRODUCTION INTERDITE

Le droit de reproduction des Recommandations ISO et des Normes ISO est la propriété des Comités Membres de l'ISO. En conséquence, dans chaque pays, la reproduction de ces documents ne peut être autorisée que par l'organisation nationale de normalisation de ce pays, membre de l'ISO.

Seules les normes nationales sont valables dans leurs pays respectifs.

Imprimé en Suisse

Ce document est également édité en anglais et en russe. Il peut être obtenu auprès des organisations nationales de normalisation.

HISTORIQUE

La Recommandation ISO/R 714, *Analyse chimique des zincs – Dosage photométrique du fer*, a été élaborée par le Comité Technique ISO/TC 18, *Zinc et alliages de zinc*, dont le Secrétariat est assuré par l'Institut Belge de Normalisation (IBN).

Les travaux relatifs à cette question furent entrepris par le Comité Technique en 1963 et aboutirent, en 1965, à l'adoption d'un Projet de Recommandation ISO.

En septembre 1966, ce Projet de Recommandation ISO (N° 993) fut soumis à l'enquête de tous les Comités Membres de l'ISO. Il fut approuvé, sous réserve de quelques modifications d'ordre rédactionnel, par les Comités Membres suivants :

Un Comité Membre se déclara opposé à l'approbation du Projet :

Japon

Le Projet de Recommandation ISO fut alors soumis par correspondance au Conseil de l'ISO qui décida, en mai 1968, de l'accepter comme RECOMMANDATION ISO.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO/R 714:1968

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/acfla3ca-1d63-469b-91ef-947755de52a6/iso-r-714-1968>

ANALYSE CHIMIQUE DES ZINCS
DOSAGE PHOTOMÉTRIQUE DU FER

1. OBJET

La présente Recommandation ISO décrit une méthode de dosage photométrique du fer dans les zincs.

Cette méthode s'applique aux types de zinc définis dans la Recommandation ISO/R 752, *Zinc en lingots*, pour autant que la teneur en cuivre ne dépasse pas 0,01 %.

Elle permet la détermination de la teneur en fer comprise entre 0,001 et 0,1 %.

2. PRINCIPE DE LA MÉTHODE

Photométrie de la coloration jaune du complexe ferrique sulfosalicylique formé en milieu ammoniacal.

3. RÉACTIFS

Tous les réactifs doivent être chimiquement purs pour analyse.

Pour la préparation des réactifs et lors de la détermination elle-même, utiliser de l'eau distillée ou déminéralisée.

3.1 *Ammoniaque* ($d = 0,91$).

3.2 *Acide chlorhydrique* ($d = 1,19$).

3.3 *Eau oxygénée* à 30 % (m/m) de H_2O_2 .

3.4 *Solution d'acide sulfosalicylique* contenant 400 g au litre.

3.5 *Solution de chlorure de nickel* contenant 2 g au litre de $NiCl_2 \cdot 6H_2O$.

3.6 *Solution étalon de fer*

Attaquer 0,250 g de fer pur, pesé avec une précision de $\pm 0,001$ g, par quelques millilitres d'acide chlorhydrique (3.2). Oxyder par quelques gouttes d'eau oxygénée (3.3). Décomposer l'excès d'eau oxygénée par ébullition. Refroidir. Transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 1 litre. Compléter au volume de 1 litre avec de l'eau. Homogénéiser. Prélever 100 ml de cette solution et les introduire dans une fiole jaugée de 500 ml. Compléter au volume de 500 ml avec de l'eau. Homogénéiser.

1 ml de cette solution contient 0,050 mg de fer.

4. APPAREILLAGE

- 4.1 *Matériel courant de laboratoire.*
- 4.2 *Photomètre*, longueur d'onde de 425 nm, et cuves de 1 cm d'épaisseur*.

5. ÉCHANTILLONNAGE

Les prescriptions de la Recommandation ISO/R ...**, *Prélèvements et préparation des échantillons pour analyse*, seront applicables.

6. MODE OPÉRATOIRE

6.1 Prise d'essai

Peser une prise d'essai de 10 g avec une précision de $\pm 0,01$ g.

6.2 Essai à blanc

Effectuer, en même temps que la détermination réelle, un essai à blanc en employant les mêmes quantités de chaque réactif et en suivant le même mode opératoire.

6.3 Tracé de la courbe d'étalonnage***

6.3.1 Dans une série de fioles jaugées de 100 ml, introduire respectivement 0, 2, 5, 10 et 20 ml de la solution étalon de fer (3.6).

6.3.2 Ajouter successivement

- 5 ml de solution d'acide sulfosalicylique (3.4),
- de l'ammoniaque (3.1) jusqu'à virage au jaune et un excès de 20 ml.

6.3.3 Refroidir. Compléter au volume de 100 ml avec de l'eau. Homogénéiser.

6.3.4 Effectuer les mesures photométriques de ces solutions par rapport au terme 0 de la gamme d'étalonnage à la longueur d'onde de 425 nm (4.2).

6.4 Dosage

6.4.1 Transvaser la prise d'essai dans une fiole conique de 500 ml et attaquer par 50 ml d'acide chlorhydrique (3.2). Oxyder et parfaire la dissolution en ajoutant quelques gouttes d'eau oxygénée (3.3). Décomposer l'excès d'eau oxygénée par ébullition.

NOTE. – Dans le cas de mise en solution très difficile, on peut ajouter 2 ml de solution de chlorure de nickel (3.5) pour activer l'attaque.

6.4.2 Teneur en fer supérieure ou égale à 0,01 %.

6.4.2.1 Laisser refroidir. Transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 250 ml et compléter au volume avec de l'eau. Homogénéiser.

6.4.2.2 Prélever une partie aliquote de 25 ml et l'introduire dans une fiole jaugée de 100 ml.

* Les dilutions et les parties aliquotes telles qu'elles sont définies dans la présente Recommandation ISO ne sont applicables que dans les cas où l'on opère avec des cuves de 1 cm d'épaisseur. Il y a lieu d'apporter les modifications nécessaires si des cuves d'autres dimensions sont utilisées.

** A établir ultérieurement.

*** Valable pour des cuves de 1 cm d'épaisseur et une gamme de teneurs de 0 - 0,1 - 0,25 - 0,5 et 1 mg de fer correspondant à 0 - 0,01 - 0,025 - 0,05 et 0,1 % pour le mode opératoire décrit au paragraphe 6.4.2 et à 0 - 0,001 - 0,0025 - 0,005 et 0,01 % pour le mode opératoire décrit au paragraphe 6.4.3. Il y a lieu d'apporter les modifications nécessaires si des cuves d'autres dimensions sont utilisées.

6.4.2.3 Ajouter successivement

- 25 ml d'eau,
- 5 ml de solution d'acide sulfosalicylique (3.4),
- de l'ammoniaque (3.1) jusqu'à virage au jaune et un excès de 20 ml de la solution.

6.4.2.4 Refroidir. Compléter au volume de 100 ml avec de l'eau. Homogénéiser.

6.4.3 Teneur en fer inférieure à 0,01 %.

6.4.3.1 Evaporer jusqu'à consistance sirupeuse.

6.4.3.2 Refroidir.

6.4.3.3 Reprendre par un minimum d'eau et transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 100 ml sans dépasser 30 ml.

6.4.3.4 Ajouter successivement

- 5 ml de solution d'acide sulfosalicylique (3.4),
- de l'ammoniaque (3.1) jusqu'à virage au jaune et un excès de 50 ml de la solution.

6.4.3.5 Refroidir. Compléter au volume de 100 ml avec de l'eau. Homogénéiser.

6.5 Mesure photométrique

Effectuer les mesures photométriques par rapport à la solution de l'essai à blanc à une longueur d'onde de 425 nm.

7. EXPRESSION DES RÉSULTATS

Déterminer la teneur en fer au moyen de la courbe d'étalonnage appropriée (6.3).

8. PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

Le procès-verbal d'essai doit indiquer la méthode utilisée et les résultats obtenus. Il doit, en outre, mentionner tous les détails opératoires non prévus dans la présente Recommandation ISO, ou facultatifs, ainsi que les incidents susceptibles d'avoir agi sur les résultats.

Le procès-verbal doit donner tous les renseignements nécessaires à l'identification complète de l'échantillon.