

---

# Norme internationale



# 6685

---

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

---

## Produits chimiques à usage industriel — Méthode générale de dosage du fer — Méthode spectrophotométrique à la phénanthroline-1,10

*Chemical products for industrial use — General method for determination of iron content — 1,10-Phenanthroline spectrophotometric method*

Première édition — 1982-07-01 (standards.iteh.ai)

[ISO 6685:1982](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3c482752-6447-4980-97d8-4b620e6fa000/iso-6685-1982>

---

CDU 543.42 : 546.72

Réf. n° : ISO 6685-1982 (F)

Descripteurs : composé chimique, produit industriel, essai, dosage, fer, méthode spectrophotométrique.

## 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 6685 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 47, *Chimie*, et a été soumise aux comités membres en novembre 1979.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

Afrique du Sud, Rép. d'	France	Roumanie
Allemagne, R. F.	Hongrie	Royaume-Uni
Australie	Inde	Suisse
Autriche	Italie	Tchécoslovaquie
Belgique	Pays-Bas	Thaïlande
Brésil	Philippines	URSS
Chine	Pologne	Yougoslavie
Corée, Rép. de	Portugal	

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

# Produits chimiques à usage industriel — Méthode générale de dosage du fer — Méthode spectrophotométrique à la phénanthroline-1,10

## 1 Objet

La présente Norme internationale spécifie une méthode générale de dosage du fer par spectrophotométrie à la phénanthroline-1,10, dans les produits chimiques à usage industriel.

Elle décrit une technique de détermination de la teneur en fer d'une solution. Il conviendra de se référer, pour la préparation de la solution d'essai, à la Norme internationale relative au produit à analyser qui pourra, par ailleurs, indiquer les modifications nécessaires pour rendre la méthode applicable à ce produit.

## 2 Domaine d'application

La méthode est applicable aux solutions d'essai desquelles on peut prélever une partie aliquote contenant entre 10 et 500 µg de fer (Fe) dans un volume non supérieur à 60 ml.

De grandes quantités de métaux alcalins, de calcium, de strontium, de baryum, de magnésium, de manganèse(III), d'arsenic(III), d'arsenic(V), d'uranium(VI), de plomb, de chlorure, de bromure, d'iodure, de thiocyanate, d'acétate, de chlorate, de nitrate, de sulfate, de sulfure, de métaborate, de séléniate, de citrate, de tartrate, de phosphate et jusqu'à 100 mg de germanium(IV), dans la solution d'essai, n'interfèrent pas. En présence de tartrate, de citrate, d'arséniate ou de plus de 100 mg de phosphate, le développement de la coloration est néanmoins susceptible d'être ralenti.

Plus de détails sur certaines interférences et les modalités pour les éliminer sont donnés dans l'annexe.

## 3 Principe

Réduction de tout le fer(III) présent dans la solution d'essai en fer(II) au moyen d'acide ascorbique. Formation du complexe rouge-orangé entre le fer(II) et la phénanthroline-1,10 à un pH compris entre 2 et 9, et mesurage spectrophotométrique de l'absorbance du complexe à la longueur d'onde d'absorption maximale (510 nm).

Dans les conditions spécifiées, le complexe est mesuré à un pH compris entre 4 et 6.

## 4 Réactifs

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

### 4.1 Acide chlorhydrique, solution à 180 g/l.

Diluer, en prenant toutes les précautions d'usage, 409 ml de solution d'acide chlorhydrique à 38 % (m/m),  $\rho = 1,19$  g/ml, à 1 000 ml avec de l'eau et homogénéiser.

### 4.2 Ammoniaque, solution à 85 g/l.

Diluer 374 ml de solution d'ammoniaque à 25 % (m/m),  $\rho = 0,910$  g/ml, à 1 000 ml avec de l'eau et homogénéiser.

### 4.3 Acétate de sodium/acide acétique, solution tampon, pH 4,5 à 20 °C.

Dissoudre 164 g d'acétate de sodium anhydre dans 500 ml environ d'eau, ajouter 240 ml d'acide acétique cristallisable et diluer à 1 000 ml avec de l'eau.

### 4.4 Acide ascorbique, solution à 100 g/l.

Rejeter cette solution après 1 semaine.

### 4.5 Chlorhydrate de phénanthroline-1,10 monohydraté (C<sub>12</sub>H<sub>8</sub>N<sub>2</sub>·HCl·H<sub>2</sub>O) ou phénanthroline-1,10 monohydratée (C<sub>12</sub>H<sub>8</sub>N<sub>2</sub>·H<sub>2</sub>O), solution à 1 g/l.

Dissoudre 1 g de chlorhydrate de phénanthroline-1,10 monohydraté ou de phénanthroline-1,10 monohydratée dans de l'eau et diluer à 1 000 ml.

Conserver la solution à l'abri de la lumière. Utiliser uniquement des solutions incolores.

### 4.6 Fer, solution étalon correspondant à 0,200 g de Fe par litre.

Préparer la solution selon l'une des méthodes suivantes.

4.6.1 Pesar, à 0,001 g près, 1,727 g de sulfate d'ammonium et de fer(III) dodécahydraté [NH<sub>4</sub>Fe(SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>·12H<sub>2</sub>O] et le dissoudre dans 200 ml environ d'eau. Transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 1 000 ml, ajouter 20 ml d'une

solution d'acide sulfurique concentré (1 + 1), compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 0,200 mg de Fe.

**4.6.2** Peser, à 0,001 g près, 0,200 g de fil de fer pur (99,9 %), le placer dans un bécher de 100 ml et ajouter 10 ml de solution d'acide chlorhydrique,  $\rho = 1,19$  g/ml. Chauffer doucement jusqu'à dissolution complète et laisser refroidir. Transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 0,200 mg de Fe.

**4.7 Fer**, solution étalon correspondant à 0,020 g de Fe par litre.

Introduire 50,0 ml de la solution étalon de fer (4.6) dans une fiole jaugée de 500 ml, compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 20  $\mu$ g de Fe.

Préparer cette solution au moment de l'emploi.

## 5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

**5.1 Spectrophotomètre**, équipé de cuves de 1, 2 et 4 ou 5 cm d'épaisseur.

## 6 Mode opératoire

### 6.1 Prise d'essai et préparation de la solution d'essai

La masse de la prise d'essai, ainsi que les modalités de préparation de la solution d'essai, seront données dans la Norme internationale relative au produit considéré.

### 6.2 Essai à blanc

Préparer, en même temps que la solution d'essai, une solution pour l'essai à blanc en employant exactement les mêmes quantités de tous les réactifs que celles utilisées pour le dosage, en diluant au même volume et en prélevant une partie aliquote ayant le même volume que celui prélevé pour le dosage.

### 6.3 Établissement de la courbe d'étalonnage

**6.3.1 Préparation des solutions témoins**, se rapportant à des mesurages spectrophotométriques effectués en cuves de 1, 2 et 4 ou 5 cm d'épaisseur

Selon la teneur présumée en fer de la solution d'essai, introduire, dans une série de fioles jaugées de 100 ml, les volumes de la solution étalon de fer (4.7) indiqués dans le tableau 1.

#### 6.3.2 Développement de la coloration

Traiter le contenu de chaque fiole de la manière suivante.

Diluer, si nécessaire, à 60 ml environ avec de l'eau et, si nécessaire, ajuster le pH à 2 environ avec la solution d'acide chlorhydrique (4.1), en contrôlant à l'aide d'un papier indicateur de pH approprié. Ajouter 1 ml de la solution d'acide ascorbique (4.4), puis 20 ml de la solution tampon (4.3) et 10 ml de la solution de phénanthroline-1,10 (4.5), compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser. Laisser reposer durant une période non inférieure à 15 min.

#### 6.3.3 Mesurages spectrophotométriques

Effectuer les mesurages spectrophotométriques à l'aide du spectrophotomètre (5.1) réglé à la longueur d'onde d'absorption maximale (aux environs de 510 nm) et dans des cuves d'épaisseur appropriée (voir tableau 1), après avoir ajusté l'appareil au zéro d'absorbance par rapport à l'eau.

Tableau 1

Teneur présumée en fer de la partie aliquote de la solution d'essai prélevée pour le dosage, $\mu$ g					
50 à 500		25 à 250		10 à 100	
Solution étalon de fer (4.7)	Masse correspondante de Fe	Solution étalon de fer (4.7)	Masse correspondante de Fe	Solution étalon de fer (4.7)	Masse correspondante de Fe
ml	$\mu$ g	ml	$\mu$ g	ml	$\mu$ g
0*	0	0*	0	0*	0
2,50	50	3,00	60	0,50	10
5,00	100	5,00	100	1,00	20
10,00	200	7,00	140	2,00	40
15,00	300	9,00	180	3,00	60
20,00	400	11,00	220	4,00	80
25,00	500	13,00	260	5,00	100
Épaisseur des cuves, cm					
1		2		4 ou 5	

\* Essai à blanc des réactifs pour l'étalonnage.

### 6.3.4 Tracé des courbes

Déduire l'absorbance de l'essai à blanc des réactifs pour l'éta- lonnage de celle de chacune des solutions témoins et tracer un graphique en portant, par exemple, sur l'axe des abscisses, la masse, en microgrammes, de fer (Fe) contenu dans 100 ml de solution témoin et, sur l'axe des ordonnées, les valeurs corres- pondantes des absorbances.

## 6.4 Dosage

### 6.4.1 Développement de la coloration

Prélever une partie aliquote de la solution d'essai (6.1) ne conte- nant pas plus de 500 µg de fer (Fe) dans un volume de 60 ml et une partie aliquote correspondante de la solution de l'essai à blanc. Diluer, si nécessaire, à 60 ml environ avec de l'eau et, si nécessaire, ajuster le pH à 2 environ avec soit la solution d'ammoniaque (4.2), soit la solution d'acide chlorhydrique (4.1), en contrôlant à l'aide d'un papier indicateur de pH appro- prié. Transvaser quantitativement les solutions dans des fioles jaugées de 100 ml et procéder au développement de la colora- tion selon les modalités spécifiées en 6.3.2, à partir de «Ajouter 1 ml de la solution d'acide ascorbique (4.4),...».

### 6.4.2 Mesurages spectrophotométriques

Effectuer les mesurages spectrophotométriques sur les deux solutions (6.4.1), après le développement de la coloration, selon les modalités spécifiées en 6.3.3.

## 7 Expression des résultats

### 7.1 Calcul

Au moyen des courbes d'éta- lonnage (6.3.4), déterminer les masses de Fe correspondant aux absorbances des parties ali-

quotes de la solution d'essai et de celle de l'essai à blanc préle- vées pour le développement de la coloration.

La Norme internationale relative au produit considéré donnera la formule à appliquer pour le calcul final.

## 7.2 Répétabilité et reproductibilité

Des essais conduits dans sept laboratoires sur des échantillons de sulfate d'aluminium, de sulfate d'ammonium et de tétrabo- rate disodique, ayant trois différents teneurs en fer, ont donné les résultats statistiques indiqués dans le tableau 2.

## 8 Procès-verbal d'essai

Le procès-verbal d'essai doit contenir les indications suivantes :

- a) identification de l'échantillon;
- b) référence de la méthode générale utilisée et de la Norme internationale relative au produit analysé;
- c) résultats, ainsi que la forme sous laquelle ils sont expri- més;
- d) compte rendu de tous détails particuliers éventuels rele- vés au cours de l'essai;
- e) compte rendu de toutes opérations non prévues dans la présente Norme internationale ou dans la Norme internatio- nale relative au produit analysé, ou de toutes opérations facultatives.

Tableau 2

Moyenne, µg de Fe/ml	Sulfate d'aluminium			Sulfate d'ammonium			Tétraborate disodique		
	2,209	3,874	6,833	1,552	3,973	5,375	1,189	2,825	5,727
Écart-type relatif de répétabilité*	1,00	1,16	1,17	0,77	1,11	1,15	1,35	1,77	0,77
Écart-type relatif de reproductibilité*	5,9	3,6	2,5	5,6	4,4	2,2	7,0	3,6	2,3

\*  $\frac{\text{Écart-type}}{\text{Moyenne}} \times 100$

## Annexe

### Interférences

**A.1** Certains cations, notamment l'étain(IV), l'antimoine(III), l'antimoine(V), le titane, le zirconium, le cérium(III) et le bismuth, sont hydrolysés par une solution d'acétate à pH 4 environ; ils resteront cependant en solution si du citrate, ou du tartrate, est présent en quantité suffisante. Jusqu'à 100 mg, ces cations ne seront pas précipités si une solution tampon au citrate (ou au tartrate) de sodium est utilisée à la place de la solution tampon à l'acétate (4.3). Le développement de la coloration sera accéléré si la température de la solution est élevée jusqu'au point d'ébullition. Si des solutions tampons au citrate ou au tartrate sont utilisées, il est essentiel que l'ordre dans lequel sont introduits les réactifs, spécifié en 6.4.1, soit respecté.

L'addition de citrate empêche également la formation de phosphates insolubles.

**A.2** En présence d'aluminium, l'application de la méthode conduit à une hydrolyse. Bien que cette interférence puisse être éliminée en remplaçant la solution tampon à l'acétate par une solution tampon au citrate ou au tartrate (comme en présence de titane et de zirconium), on n'a pas d'interférence si l'on procède au développement de la coloration à un pH compris entre 3,5 et 4,2 (voir ISO 805\*).

**A.3** Le cadmium, le zinc, le nickel, le cobalt et le cuivre forment des complexes solubles avec la phénanthroline-1,10. Si ces métaux sont présents, le développement de la coloration est retardé et l'absorbance est réduite. La quantité minimale de réactif (4.5) nécessaire pour chaque 0,1 mg de fer présent est de 1,7 ml, mais, en présence de ces métaux interférents, une quantité supplémentaire de réactif est nécessaire. Des quantités supplémentaires de réactif doivent être utilisées dans la proportion de 1 ml pour chaque 0,1 mg de nickel, cobalt ou cuivre, pour chaque 0,5 mg de zinc et pour chaque 3 mg de cadmium.

**A.4** Des solutions contenant des ions colorés ne peuvent pas être mesurées par rapport à l'eau. Une solution de même composition que celle de la solution d'essai, mais sans la solution de phénanthroline-1,10, doit être utilisée dans la cuve de référence.

**A.5** En présence de tungstène(V) ou de molybdène(VI), en particulier en quantités importantes, la réaction doit être effectuée à pH 7 environ, en apportant les modifications suivantes.

Ajouter, à la solution d'essai contenant du tungstène ou du molybdène, 1 ml d'une solution d'acide tartrique à 300 g/l et ajuster avec de la solution d'acide chlorhydrique (4.1) ou de la solution d'ammoniaque (4.2) jusqu'à l'apparition du virage légèrement alcalin au tournesol. Ajouter 1 à 2 ml de la solution d'ammoniaque (4.2) en excès, diluer à 75 ml environ, ajouter 1 ml de la solution d'acide ascorbique (4.4) et 10 ml du réactif (4.5), chauffer durant 5 à 10 min entre 90 et 100 °C, refroidir jusqu'à la température ambiante et compléter le volume à 100 ml. Selon cette méthode, le tungstène ou le molybdène, présent jusqu'à 250 mg dans la solution d'essai, n'interfère pas.

**A.6** L'argent forme un complexe instable avec le réactif et l'acide chlorhydrique, mais cela peut être évité par addition de thiosulfate selon le mode opératoire suivant.

Précipiter tout l'argent par addition d'une quantité suffisante de solution de chlorure de sodium. Ajuster le pH entre 3 et 5, et ajouter la solution d'acide ascorbique et la solution tampon selon les modalités spécifiées en 6.3.2. Ajouter ensuite une solution de thiosulfate de sodium pentahydraté à 25 g/l jusqu'à ce que le précipité commence à se dissoudre, ajouter 10 ml du réactif (4.5) et poursuivre selon les modalités spécifiées en 6.3.2. Selon cette méthode, l'argent, présent jusqu'à 100 mg dans la solution d'essai, n'interfère pas.

**A.7** Si du mercure(I) ou du mercure(II), est présent dans la solution d'essai, le chlorure ne peut pas être toléré. Un ajustement du pH doit, dans ces conditions, être effectué avec une solution d'acide nitrique à 252 g/l et, pour chaque fraction de 5 mg de mercure présent dans la solution d'essai, il faut utiliser 10 ml du réactif (4.5) en plus de la quantité spécifiée.

**A.8** Le rhénium, présent à plus de 10 mg dans la solution d'essai, forme un précipité de perrhénate de phénanthroline-1,10.

**A.9** La présence de pyrophosphates ralentit le développement de la coloration et altère la réduction du fer(III) en fer(II). Présents jusqu'à 2 mg dans la solution d'essai, ces ions ne donnent pas d'interférence importante si la lecture des absorbances est faite après 30 min. Le développement de la coloration peut être accéléré par élévation du pH; à pH 8,8, les pyrophosphates, présents jusqu'à 30 mg dans la solution d'essai, peuvent être tolérés.

**A.10** Les oxalates, présents jusqu'à 500 mg dans la solution d'essai, peuvent être tolérés; au-delà, le développement de la coloration tend à être incomplet.

\* ISO 805, Oxyde d'aluminium principalement utilisé pour la production de l'aluminium — Dosage du fer — Méthode photométrique à la phénanthroline-1,10.

**A.11** Les **fluorures**, présents jusqu'à 250 mg dans la solution d'essai, peuvent être tolérés; au-delà, le développement de la coloration tend à être incomplet et la réduction du fer(III) en fer(II) est altérée.

**A.12** Le **vanadium(V)**, présent jusqu'à 200 mg dans la solution d'essai, n'interfère pas.

**A.13** Tout **sélénite** présent dans la solution d'essai doit être oxydé en séléniate. Le **séléniate**, présent jusqu'à 1 000 mg, n'interfère pas.

**A.14** Le **cyanure**, présent jusqu'à 1 mg dans la solution d'essai, n'interfère pas.

---

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

ISO 6685:1982

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3c482752-6447-4980-97d8-4b620e6fa000/iso-6685-1982>

**Page blanche**

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

ISO 6685:1982

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3c482752-6447-4980-97d8-4b620e6fa000/iso-6685-1982>