
NORME INTERNATIONALE 731/VI

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

Acide formique à usage industriel — Méthodes d'essai — Partie VI : Dosage du fer — Méthode photométrique au bipyridyle-2,2'

*Formic acid for industrial use — Methods of test —
Part VI : Determination of iron content — 2,2'-Bipyridyl photometric method*

IT'S STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Première édition — 1977-03-15

ISO 731-6:1977

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ef5acff8-03aa-4688-90cb-b8339f6a3422/iso-731-6-1977>

CDU 661.732.1 : 546.72 : 543.422

Réf. n° : ISO 731/VI-1977 (F)

Descripteurs : acide formique, essai, analyse chimique, dosage, acidité, chlorure, sulfate.

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.

Avant 1972, les résultats des travaux des comités techniques étaient publiés comme recommandations ISO; ces documents sont en cours de transformation en Normes internationales. Compte tenu de cette procédure, le Comité technique ISO/TC 47, *Chimie*, après examen, est d'avis que la Recommandation ISO/R 1707-1970 peut, du point de vue technique, être transformée. Le numéro 1707 a toutefois été modifié en 731/VI. La présente Norme internationale remplace donc la Recommandation ISO/R 1707-1970 à laquelle elle est techniquement identique.

Les comités membres des pays suivants avaient approuvé la Recommandation ISO/R 1707.

Afrique du Sud, Rép. d'	Grèce	Portugal
Allemagne	Hongrie	Roumanie
Australie	Inde	Royaume-Uni
Autriche	Iran	Suède
Belgique	Israël	Suisse
Brésil	Japon	Tchécoslovaquie
Canada	Nouvelle-Zélande	Turquie
Égypte, Rép. arabe d'	Pays-Bas	U.R.S.S.
Espagne	Pérou	Yougoslavie
France	Pologne	

Aucun comité membre ne l'avait désapprouvée.

Le comité membre du pays suivant a désapprouvé la transformation de la recommandation en Norme internationale :

Pays-Bas

Acide formique à usage industriel – Méthodes d'essai – Partie VI : Dosage du fer – Méthode photométrique au bipyridyle-2,2'

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente partie de l'ISO 731 spécifie une méthode photométrique au bipyridyle-2,2' pour le dosage du fer dans l'acide formique à usage industriel.

La méthode est applicable aux produits dont la teneur en fer (Fe) est comprise entre 0,1 et 2 mg/kg.

Le présent document devra être lu conjointement avec la partie I (voir l'annexe).

2 PRINCIPE

Transformation à l'état de sulfate de fer(III) du fer présent dans une prise d'essai par évaporation jusqu'à siccité en présence d'acide sulfurique.

Dissolution du résidu par l'acide nitrique. Réduction par le chlorure d'hydroxylammonium, du fer trivalent contenu dans la solution obtenue. Formation du complexe coloré fer(II)-bipyridyle-2,2' en milieu tamponné. Mesurage photométrique du complexe coloré à une longueur d'onde aux environs de 510 nm.

3 RÉACTIFS

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

3.1 Acide sulfurique, solution 5 N environ.

3.2 Acide nitrique, solution 4 N environ.

3.3 Urée ($\text{NH}_2\text{—CO—NH}_2$), solution.

Dissoudre 100 g d'urée dans 100 ml d'eau.

3.4 Chlorure d'hydroxylammonium ($\text{NH}_2\text{OH.HCl}$), solution à 100 g/l.

3.5 Acétate d'ammonium ($\text{CH}_3\text{COONH}_4$), solution à 500 g/l.

3.6 Bipyridyle-2,2', solution chlorhydrique à 5 g/l.

Dissoudre 0,5 g de bipyridyle-2,2' dans 10 ml d'une solution d'acide chlorhydrique 1 N environ et diluer à 100 ml.

3.7 Fer, solution étalon correspondant à 2,00 g de Fe par litre.

Peser, à 0,001 g près, 7,022 g de sulfate double d'ammonium et de fer(II) hexahydraté $[(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4.\text{FeSO}_4.6\text{H}_2\text{O}]$ et le dissoudre dans 25 ml de la solution d'acide sulfurique (3.1). Transvaser quantitativement la solution obtenue dans une fiole jaugée de 500 ml, compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 2,00 mg de Fe.

3.8 Fer, solution étalon correspondant à 0,20 g de Fe par litre.

Introduire, dans une fiole jaugée de 500 ml, 50,0 ml de la solution étalon de fer (3.7), ajouter 2,5 ml de la solution d'acide sulfurique (3.1), compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 0,20 mg de Fe.

Préparer cette solution au moment de l'emploi.

3.9 Fer, solution étalon correspondant à 0,010 g de Fe par litre.

Introduire, dans une fiole jaugée de 1 000 ml, 50,0 ml de la solution étalon de fer (3.8), compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 10 μg de Fe.

Préparer cette solution au moment de l'emploi.

4 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et

4.1 Capsule en platine, de capacité 150 ml environ.

4.2 Spectrophotomètre, ou

4.3 Électrophotomètre, muni de filtres assurant un maximum de transmission entre 500 et 520 nm.

5 MODE OPÉRATOIRE

5.1 Prise d'essai

Dans la capsule en platine (4.1), peser 100 ± 1 g de l'échantillon pour laboratoire.

5.2 Essai à blanc

Effectuer, parallèlement au dosage et en suivant le même mode opératoire, un essai à blanc en employant les mêmes quantités de tous les réactifs que celles utilisées pour le dosage, mais en omettant la prise d'essai.

5.3 Établissement de la courbe d'étalonnage

5.3.1 Préparation des solutions témoins, se rapportant à des mesurages photométriques effectués en cuves de 1 cm de parcours optique

Dans une série de sept fioles jaugées de 100 ml, introduire les volumes de la solution étalon de fer (3.9) indiqués dans le tableau suivant :

Solution étalon de fer (3.9)	Masse correspondante de fer
ml	µg
0*	0
2,0	20
4,0	40
7,0	70
10,0	100
15,0	150
20,0	200

* Essai à blanc des réactifs de la courbe d'étalonnage.

5.3.2 Développement de la coloration

Traiter le contenu de chaque fiole de la façon suivante :

Ajouter 10 ml de la solution d'acide sulfurique (3.1), 20 ml de la solution d'acide nitrique (3.2), 2 ml de la solution d'urée (3.3) et 2 ml de la solution de chlorure d'hydroxyl-ammonium (3.4). Homogénéiser et laisser reposer durant 2 min. Ajouter ensuite 30 ml de la solution d'acétate d'ammonium (3.5) et 5 ml de la solution de bipyridyle-2,2' (3.6). Compléter au volume, homogénéiser et laisser reposer durant 10 min.

5.3.3 Mesures photométriques

À l'aide du spectrophotomètre (4.2) réglé à une longueur d'onde aux environs de 510 nm, ou de l'électrophotomètre (4.3) muni de filtres appropriés, effectuer le mesurage photométrique de chaque solution témoin, après avoir ajusté l'appareil au zéro d'absorbance par rapport à la solution de l'essai à blanc des réactifs de la courbe d'étalonnage.

5.3.4 Tracé de la courbe

Tracer un graphique en portant, par exemple, sur l'axe des abscisses, les valeurs, exprimées en microgrammes, des quantités de fer (Fe) contenues dans 100 ml de solution

témoin (5.3.1) et, sur l'axe des ordonnées, les valeurs correspondantes des absorbances mesurées.

5.4 Dosage

5.4.1 Préparation de la solution d'essai

Dans la capsule en platine contenant la prise d'essai (5.1), ajouter 10 ml de la solution d'acide sulfurique (3.1). Faire évaporer sous une hotte à fumées, d'abord sur bain d'eau bouillante et, ensuite, sur bain de sable, jusqu'au début du dégagement de fumées blanches. Laisser refroidir, ajouter quelques gouttes de la solution d'acide nitrique (3.2) et faire évaporer à nouveau jusqu'à cessation du dégagement de fumées blanches. Si des produits goudronneux subsistent, ajouter encore quelques gouttes de la solution d'acide nitrique et faire encore évaporer sur bain de sable. Reprendre le résidu par 20 ml de la solution d'acide nitrique, en chauffant légèrement afin de faciliter la mise en solution des sels.

Transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 100 ml, en rinçant la capsule en platine avec 5 ml environ de la solution d'acide nitrique.

5.4.2 Développement de la coloration

Procéder au développement de la coloration de la solution d'essai selon les modalités spécifiées en 5.3.2, mais en omettant l'addition des 20 ml de la solution d'acide nitrique (3.2).

5.4.3 Mesure photométrique

Effectuer le mesurage photométrique de la solution d'essai selon les modalités spécifiées en 5.3.3, après avoir ajusté l'appareil au zéro d'absorbance par rapport à la solution de l'essai à blanc (5.2).

NOTE — Comme variante au mesurage de l'absorbance, la solution d'essai, préparée selon les modalités spécifiées en 5.4.1 et 5.4.2, peut être comparée visuellement avec une série de solutions témoins préparées dans des conditions semblables, et sa teneur en fer peut être déduite de cette comparaison.

6 EXPRESSION DES RÉSULTATS

Au moyen de la courbe d'étalonnage (5.3.4), déterminer la masse de fer correspondant à l'absorbance de la solution d'essai.

La teneur en fer, exprimée en milligrammes de fer (Fe) par kilogramme, est donnée par la formule

$$\frac{m}{100}$$

où m est la masse, en microgrammes, de fer trouvée dans la solution d'essai (5.4.1).

ANNEXE

PUBLICATIONS ISO RELATIVES À L'ACIDE FORMIQUE À USAGE INDUSTRIEL

ISO 731/I – Généralités.

ISO 731/II – Détermination de l'acidité totale – Méthode titrimétrique.

ISO 731/III – Dosage des autres acides – Méthode potentiométrique.

ISO 731/IV – Essai visuel limite de contrôle des chlorures minéraux.

ISO 731/V – Essai visuel limite de contrôle des sulfates minéraux.

ISO 731/VI – Dosage du fer – Méthode photométrique au bipyridyle-2,2'.

ISO 731/VII – Détermination de faibles teneurs en autres acides volatils – Méthode titrimétrique après distillation.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 731-6:1977](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ef5acff8-03aa-4688-90cb-b8339f6a3422/iso-731-6-1977)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ef5acff8-03aa-4688-90cb-b8339f6a3422/iso-731-6-1977>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 731-6:1977

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ef5acff8-03aa-4688-90cb-b8339f6a3422/iso-731-6-1977>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 731-6:1977

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ef5acff8-03aa-4688-90cb-b8339f6a3422/iso-731-6-1977>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 731-6:1977

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ef5acff8-03aa-4688-90cb-b8339f6a3422/iso-731-6-1977>