

ISO

ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

RECOMMANDATION ISO R 849

ACIDE PHOSPHORIQUE À USAGE INDUSTRIEL

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

DOSAGE DU FER
MÉTHODE SPECTROPHOTOMÉTRIQUE AU 2,2'-BIPYRIDYLE

ISO/R 849:1968

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9a154d71-3a76-480e-bfa6-50dd54014776/iso-r-849-1968>

1^{ère} ÉDITION

Octobre 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 849, *Acide phosphorique à usage industriel – Dosage du fer – Méthode spectrophotométrique au 2,2'-bipyridyle*, a été élaborée par le Comité Technique ISO/TC 47, *Chimie*, dont le Secrétariat est assuré par l'Ente Nazionale Italiano di Unificazione (UNI).

Les travaux relatifs à cette question furent entrepris par le Comité Technique en 1960 et aboutirent, en 1966, à l'adoption d'un Projet de Recommandation ISO.

En décembre 1966, ce Projet de Recommandation ISO (N° 1110) 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 :

Afrique du Sud, Rép. d'	France	Roumanie
Allemagne	Hongrie	Royaume-Uni
Autriche	Inde	Suisse
Belgique	Israël	Tchécoslovaquie
Brésil	Italie	Thaïlande
Bulgarie	Japon	Turquie
Chili	Nouvelle-Zélande	U.R.S.S.
Corée, Rép. de	Pologne	Yougoslavie
Espagne	R.A.U.	

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

Pays-Bas

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

ACIDE PHOSPHORIQUE À USAGE INDUSTRIEL

DOSAGE DU FER

MÉTHODE SPECTROPHOTOMÉTRIQUE AU 2,2'-BIPYRIDYLE

1. OBJET

La présente Recommandation ISO décrit une méthode de dosage spectrophotométrique du fer de l'acide phosphorique à usage industriel.

2. DOMAINE D'APPLICATION

La méthode est applicable au dosage des teneurs en fer exprimées en Fe, supérieures à 0,001 %.

2.1 Cas particulier

Acide phosphorique à usage industriel contenant des acides polyphosphoriques (voir chapitre 8).

NOTE. — Si on n'est pas sûr de l'absence d'acides polyphosphoriques, effectuer le dosage directement d'après le cas particulier.

[ISO/R 849:1968](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9a154d71-3a76-480e-bfa6-50dd540d47ae/iso-r-849-1968)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9a154d71-3a76-480e-bfa6-50dd540d47ae/iso-r-849-1968>

3. PRINCIPE

Réduction préalable du fer trivalent par le chlorure d'hydroxylammonium.

Formation du complexe fer bivalent - 2,2'-bipyridyle en présence d'acétate d'ammonium à pH 3,1 et à la température de 75 °C (dans les conditions de l'essai, les ions phosphates n'interfèrent pas).

Mesure spectrophotométrique du complexe coloré à une longueur d'onde aux environs de 522 nm.

4. RÉACTIFS

Au cours de l'analyse, n'utiliser que de l'eau distillée ou de l'eau d'une pureté équivalente.

4.1 *Acide chlorhydrique*, $d = 1,19$ environ, solution à 37 % (m/m) ou 12 N environ.

4.2 *2,2'-bipyridyle*, solution chlorhydrique à 5 g/l.

Dissoudre 0,50 g de 2,2'-bipyridyle dans 10 ml de solution d'acide chlorhydrique, $d = 1,19$ environ, et compléter le volume à 100 ml.

4.3 *Acétate d'ammonium*, solution à 300 g/l.

Dissoudre 300 g d'acétate d'ammonium dans de l'eau et compléter le volume à 1000 ml.

4.4 *Chlorure d'hydroxylammonium*, solution à 100 g/l.

Dissoudre 10 g de chlorure d'hydroxylammonium ($\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$) dans de l'eau et compléter le volume à 100 ml.

4.5 Fer, solution étalon contenant 2,00 g/l de Fe.

Peser, à 1 mg près, 7,022 g de sulfate double de fer (II) ammonium hexahydraté et les placer dans un bécher de capacité convenable. Ajouter 50 ml de solution d'acide sulfurique à 100 g/l, transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 500 ml et compléter au volume.

1 ml de cette solution étalon contient 2,0 mg de Fe.

4.6 Fer, solution étalon contenant 0,020 g/l de Fe.

Prélever 10,0 ml de la solution étalon (4.5), les recevoir dans une fiole jaugée de 1000 ml et compléter au volume.

1 ml de cette solution étalon contient 20 µg de Fe.

Préparer au moment de l'emploi.

5. APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire et

5.1 *pH-mètre*, muni d'une électrode en verre, sensible au moins à 0,1 unité de pH.

5.2 *Spectrophotomètre*, ou

5.3 *Electrophotomètre*.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

6. MODE OPÉRATOIRE

ISO/R 849:1968

6.1 **Prise d'essai** <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9a154d71-3a76-480e-bfa6-50dd540d47ae/iso-r-849-1968>

Peser par différence, à 1 mg près, environ 5 g de l'échantillon pour essai.

Si cette quantité contient plus de 500 µg de Fe, réduire la prise d'essai de façon que le contenu soit compris, de préférence, entre 200 et 300 µg de Fe.

6.2 Essai à blanc

Effectuer, parallèlement au dosage, un essai à blanc en suivant le mode opératoire décrit au paragraphe 6.4 et en utilisant la même quantité de tous les réactifs employés pour l'analyse. Toutefois, pour la préparation de la solution colorée, utiliser le même volume de la solution d'acétate d'ammonium (4.3) que celui utilisé pour le dosage*.

6.3 Etablissement de la courbe d'étalonnage

6.3.1 *Préparation des solutions témoins*, rapportées à des mesures spectrophotométriques effectuées en cuve de 1 cm.

6.3.1.1 **ESSAI PRÉLIMINAIRE DE CONTRÔLE DU pH.** Dans un bécher de capacité convenable (100 ml, par exemple), introduire 5 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.1), diluer à environ 50 ml, ajouter 1 ml de la solution de chlorure d'hydroxylammonium (4.4) et 5 ml de la solution de 2,2'-bipyridyle (4.2). Laisser reposer environ 10 minutes et, à l'aide du pH-mètre (5.1), porter la solution à pH 3,1 par addition de la solution d'acétate d'ammonium (4.3). Noter le volume de la solution d'acétate d'ammonium ajouté pour la correction du pH et rejeter la solution.

* La différence entre le pH de la solution d'essai et celui de l'essai à blanc n'est pas significative.

- 6.3.1.2 **PRÉPARATION DES SOLUTIONS TÉMOINS.** Dans une série de cinq béchers de capacité convenable (100 ml, par exemple) introduire respectivement les volumes de la solution étalon de fer (4.6) indiqués dans le tableau suivant :

Volume de la solution étalon de fer (4.6)	Masse de Fe correspondante
ml	µg
0*	0
5,0	100
10,0	200
15,0	300
25,0	500

* solution de compensation.

Ajouter ensuite, à chaque solution, 5 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.1) et diluer à environ 50 ml.

- 6.3.1.3 **DÉVELOPPEMENT DE LA COLORATION.** Ajouter, à chacune des solutions précédentes, 1 ml de la solution de chlorure d'hydroxylammonium (4.4) et 5 ml de la solution de 2,2'-bipyridyle (4.2). Laisser reposer 10 minutes environ et ajouter ensuite la quantité de solution d'acétate d'ammonium (4.3) déterminée en suivant les modalités décrites au paragraphe 6.3.1.1.

Chauffer les solutions au bain d'eau à une température d'environ 75 °C pendant environ 15 minutes et refroidir ensuite à température ambiante. Transvaser dans des fioles jaugées de 100 ml, compléter au volume et homogénéiser.

ISO/R 849:1968

- 6.3.2 **Mesures spectrophotométriques.** Effectuer les mesures au spectrophotomètre (5.2) à une longueur d'onde aux environs de 522 nm ou à l'électrophotomètre (5.3) muni d'un filtre approprié, après avoir ajusté l'appareil au zéro de densité optique par rapport à la solution de compensation.

- 6.3.3 **Tracé de la courbe d'étalonnage.** 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 et, sur l'axe des ordonnées, les valeurs correspondantes de la densité optique.

6.4 Dosage

- 6.4.1 **Préparation de la solution d'essai et développement de la coloration.** Introduire la prise d'essai (6.1) dans un bécher de capacité convenable (100 ml, par exemple) et diluer à environ 50 ml. Ajouter 1 ml de la solution de chlorure d'hydroxylammonium (4.4) et 5 ml de la solution de 2,2'-bipyridyle (4.2).

Laisser reposer pendant 10 minutes, puis, en se servant du pH-mètre (5.1), porter la solution à pH 3,1 par addition de solution d'acétate d'ammonium (4.3).

Chauffer la solution au bain d'eau à une température d'environ 75 °C pendant environ 15 minutes et refroidir ensuite à température ambiante.

Transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 100 ml, compléter au volume et homogénéiser.

- 6.4.2 **Mesures spectrophotométriques.** Mesurer la densité optique de la solution (6.4.1) après avoir ajusté l'appareil au zéro de densité optique par rapport à la solution de l'essai à blanc (6.2), en suivant les modalités décrites au paragraphe 6.3.2.

7. EXPRESSION DES RÉSULTATS

Au moyen de la courbe d'étalonnage (voir paragraphe 6.3.3), déterminer la quantité de fer correspondante à la valeur de la mesure spectrophotométrique (6.4.2). La teneur en fer (Fe) est donnée, en pourcentage en masse, par la formule suivante :

$$\frac{A \times 100}{E}$$

où

A est la masse, en grammes, de fer trouvé dans la solution d'essai;

E est la masse, en grammes, de la prise d'essai.

8. CAS PARTICULIER

Acide phosphorique à usage industriel contenant des acides polyphosphoriques

8.1 Principe

Hydrolyse préalable des acides polyphosphoriques par ébullition prolongée en présence d'acide chlorhydrique. Dosage conformément à la méthode générale.

8.2 Réactifs

Voir chapitre 4.

8.3 Appareillage

Voir chapitre 5.

8.4 Mode opératoire

8.4.1 *Prise d'essai.* Voir paragraphe 6.1.

8.4.2 *Essai à blanc.* Placer, dans une fiole conique de 100 ml, environ 25 ml d'eau et 10 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.1). Faire bouillir pendant environ 20 minutes.

Refroidir, transvaser la solution dans un bécher de capacité convenable (200 ml, par exemple), ajouter la quantité d'eau nécessaire pour atteindre le volume de 40 ml et ajouter ensuite 10 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.1).

Ajouter 1 ml de la solution de chlorure d'hydroxylammonium (4.4) et 5 ml de la solution de 2,2'-bipyridyle (4.2). Continuer ensuite conformément au mode opératoire décrit au deuxième alinéa du paragraphe 6.4.1.

8.4.3 *Etablissement de la courbe d'étalonnage.* Opérer conformément au mode opératoire décrit au paragraphe 6.3.

Toutefois, aux paragraphes 6.3.1.1 (essai préliminaire de contrôle du pH) et 6.3.1.2 (préparation des solutions témoins), utiliser 10 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.1) au lieu de 5 ml.

8.4.4 *Dosage*

8.4.4.1 PRÉPARATION DE LA SOLUTION D'ESSAI ET DÉVELOPPEMENT DE LA COLORATION. Introduire la prise d'essai (8.4.1) dans un ballon d'environ 250 ml, ajouter 10 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.1) et faire bouillir 20 minutes environ.

Faire refroidir, ajouter environ 100 ml d'eau et 10 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.1). Adapter un réfrigérant à reflux et faire bouillir pendant 1 heure.

Refroidir et transvaser quantitativement la solution dans un bécher de capacité convenable (200 ml, par exemple). Faire bouillir pour réduire le volume de la solution à environ 50 ml.

Ajouter 1 ml de la solution de chlorure d'hydroxylammonium (4.4) et 5 ml de la solution de 2,2'-bipyridyle (4.2).

Continuer ensuite conformément au mode opératoire décrit au deuxième alinéa du paragraphe 6.4.1.

8.4.4.2 MESURE SPECTROPHOTOMÉTRIQUE. Voir paragraphe 6.4.2.

8.5 *Expression des résultats*

Voir chapitre 7.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

9. PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

Donner les indications suivantes :

[ISO/R 849:1968](#)

- a) la référence à la méthode employée; <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9a154d71-3a76-480e-bfa6-50dd540d47ac/iso-r-849-1968>
- b) les résultats, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;
- c) tous détails particuliers éventuels relevés au cours de l'essai;
- d) toutes opérations non prévues dans la présente Recommandation ISO ou toutes opérations facultatives.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO/R 849:1968

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9a154d71-3a76-480e-bfa6-50dd540d47ae/iso-r-849-1968>