

ISO

ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

RECOMMANDATION ISO R 909

ACIDE CHLORHYDRIQUE À USAGE INDUSTRIEL

iTeh STANDARD PREVIEW
DOSAGE DU FER

Méthode spectrophotométrique au 2,2'-bipyridyle
(standards.iteh.ai)

ISO/R 909:1968

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5652e71d-3560-49c3-86b6-a0b2db31>

1^{ère} ÉDITION 1968

Décembre 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 909, *Acide chlorhydrique 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 nombreux travaux relatifs à cette question, entrepris par le Comité Technique, aboutirent, en 1965, à l'adoption d'un Projet de Recommandation ISO.

En juin 1967, ce Projet de Recommandation ISO (N° 1179) 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'	ICAITI*	R.A.U.
Allemagne	Inde	Roumanie
Autriche	Iran	Royaume-Uni
Belgique	Irlande	Suisse
Bulgarie	Israël	Tchécoslovaquie
Chili	Italie	Thaïlande
Corée, Rép. Dém. P. de	Japon	Turquie
Cuba	Nouvelle-Zélande	U.R.S.S.
Espagne	Pays-Bas	Yougoslavie
France	Pologne	
Hongrie	Portugal	

Aucun Comité Membre ne se déclara opposé à l'approbation du Projet.

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

* Instituto Centroamericano de Investigación y Tecnología Industrial (Costa Rica, Guatemala, Honduras, Nicaragua, El Salvador, Panama).

ACIDE CHLORHYDRIQUE À USAGE INDUSTRIEL

DOSAGE DU FER

Méthode spectrophotométrique au 2,2'—bipyridyle

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)**1. OBJET**<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5652e71d-3560-49c3-86b6-402dd30cc274/iso-r-909-1968>

La présente Recommandation ISO décrit une méthode spectrophotométrique au 2,2'—bipyridyle pour le dosage du fer dans l'acide chlorhydrique à usage industriel.

2. DOMAINE D'APPLICATION

La méthode est applicable au dosage des teneurs en fer, exprimées en Fe, supérieures à 1 p.p.m.

3. PRINCIPE

Evaporation de la prise d'essai, reprise chlorhydrique et réduction du fer (III) par le chlorure d'hydroxylammonium.

Formation du complexe fer (II) 2,2'—bipyridyle en milieu tamponné (valeur du pH comprise entre 4,5 et 6).

Mesure spectrophotométrique du complexe coloré à une longueur d'onde d'environ 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*, solution N environ.

4.2 *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.

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

Dissoudre 30 g d'acétate d'ammonium ($\text{CH}_3\text{COONH}_4$) dans de l'eau et compléter le volume à 100 ml.

4.4 *2,2'-bipyridyle*, solution chlorhydrique à 10 g/l.

Dissoudre 1 g de 2,2'-bipyridyle dans 10 ml de solution d'acide chlorhydrique N environ 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 (environ 2 N) et transvaser, quantitativement, dans une fiole jaugée de 500 ml. Compléter au volume et homogénéiser.

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

4.6 *Fer, solution étalon* contenant 0,20 g/l de Fe.

Prélever 50,0 ml de la solution étalon de fer (4.5), les recevoir dans une fiole jaugée de 500 ml, ajouter 5 ml de solution d'acide sulfurique à 100 g/l (environ 2 N), compléter au volume et homogénéiser.

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

Préparer au moment de l'emploi.

4.7 *Fer, solution étalon* contenant 0,010 g/l de Fe.

Prélever 50,0 ml de la solution étalon de fer (4.6), les recevoir dans une fiole jaugée de 1000 ml, compléter au volume et homogénéiser.

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

Préparer au moment de l'emploi.

5. APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire et

5.1 *Pipette à peser*, de 60 ml environ, à bouchon rodé.

5.2 *Spectrophotomètre*.

6. MODE OPÉRATOIRE

6.1 **Prise d'essai**

Remplir la pipette à peser (5.1) avec l'échantillon pour essai et prélever, en pesant par différence à 10 mg près, une prise d'essai de 50 g environ. Placer la prise d'essai dans un bécher de capacité convenable (250 ml, par exemple).

6.2 **Essai à blanc**

Effectuer parallèlement au dosage et suivant le même mode opératoire un essai à blanc avec les mêmes quantités de tous les réactifs que celles utilisées pour l'analyse.

6.3 **Etablissement de la courbe d'étalonnage**

6.3.1 *Préparation des solutions témoins*, se rapportant à des mesures spectrophotométriques effectuées en cuve de 1 cm. Dans une série de onze fioles jaugées de 100 ml, introduire les volumes de la solution étalon de fer (4.7) indiqués dans le Tableau suivant :

Solution étalon de fer (4.7)	Correspondant à Fe
ml	µg
0 ¹⁾	0
5,0	50
10,0	100
15,0	150
20,0	200
25,0	250
30,0	300
35,0	350
40,0	400
45,0	450
50,0	500

1) Solution de compensation

Ajouter dans chaque fiole d'abord la quantité d'eau nécessaire pour atteindre 50 ml environ, puis successivement 2 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.1), 2 ml de la solution de chlorure d'hydroxylammonium (4.2) et, après 5 minutes, 5 ml de la solution d'acétate d'ammonium (4.3) et 1 ml de la solution de 2,2'-bipyridyle (4.4). Compléter au volume, agiter et attendre 10 minutes.

6.3.2 *Mesures spectrophotométriques.* Effectuer les mesures au spectrophotomètre (5.2) à une longueur d'onde d'environ 522 nm, 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.* Placer le bêcher contenant la prise d'essai (6.1) sur bain d'eau bouillante et évaporer avec précaution jusqu'à siccité.

Refroidir, reprendre avec 2 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.1) et 25 ml d'eau et chauffer pour faciliter la dissolution. Transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 100 ml, compléter au volume, agiter et, si nécessaire, filtrer.

6.4.2 *Développement de la coloration.* Prélever une partie aliquote de la solution d'essai (6.4.1), contenant de 50 à 500 µg de Fe et la recevoir dans une fiole jaugée de 100 ml. Si nécessaire, diluer à 50 ml environ et ajouter ensuite, successivement 2 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.1), 2 ml de la solution de chlorure d'hydroxylammonium (4.2) et, après 5 minutes, 5 ml de la solution d'acétate d'ammonium (4.3) et 1 ml de la solution de 2,2'-bipyridyle (4.4). Compléter au volume, agiter et attendre 10 minutes.

6.4.3 *Mesures spectrophotométriques.* Effectuer les mesures spectrophotométriques, selon les modalités décrites dans le paragraphe 6.3.2, après avoir ajusté l'appareil au zéro de densité optique par rapport à la solution de l'essai à blanc (6.2).

7. EXPRESSION DES RÉSULTATS

Au moyen de la courbe d'étalonnage (voir paragraphe 6.3.3) déterminer la quantité de fer correspondant à la valeur de la mesure spectrophotométrique.

La teneur en fer, exprimée en Fe, est donnée, en pourcentage en masse, par la formule suivante :

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

où

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

V est le volume, en millilitres, de la solution d'essai prélevée pour la réaction colorée,

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

8. PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

Donner les indications suivantes :

- a)* la référence de la méthode employée,
- 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 909:1968

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5652e71d-3560-49c3-86b6-a0b2db36ec94/iso-r-909-1968>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO/R 909:1968

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5652e71d-3560-49c3-86b6-a0b2db36ec94/iso-r-909-1968>