
NORME INTERNATIONALE



994

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

Hydroxyde de potassium à usage industriel — Dosage du fer — Méthode photométrique à la 1,10-phénanthroline

Première édition — 1973-04-15

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 994:1973](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/49a1924f-eb57-42e6-9029-1cab6e693373/iso-994-1973)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/49a1924f-eb57-42e6-9029-1cab6e693373/iso-994-1973>



CDU 661.312.1 : 546.72 : 543.42

Réf. N° : ISO 994-1973 (F)

Descripteurs : hydroxyde de potassium, analyse chimique, dosage, fer, photométrie.

AVANT-PROPOS

ISO (Organisation Internationale de Normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (Comités Membres ISO). L'élaboration de Normes Internationales est confiée aux Comités Techniques 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 994 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 47, *Chimie*, et soumise aux Comités Membres en septembre 1971.

Elle a été approuvée par les Comités Membres des pays suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	Hongrie	Roumanie
Allemagne	Inde	Royaume-Uni
Autriche	Irlande	Suède
Belgique	Israël	Suisse
Chili	Italie	Tchécoslovaquie
Egypte, Rép. arabe d'	Nouvelle-Zélande	Thaïlande
Espagne	Pays-Bas	U.R.S.S.
France	Pologne	

Aucun Comité Membre n'a désapprouvé le document.

Cette Norme Internationale annule et remplace la Recommandation ISO/R 994-1969, *Hydroxyde de potassium à usage industriel — Dosage du fer — Méthode spectrophotométrique au 2,2'-bipyridyle*.

Hydroxyde de potassium à usage industriel — Dosage du fer — Méthode photométrique à la 1,10-phénanthroline

1 OBJET

La présente Norme Internationale spécifie une méthode photométrique à la 1,10-phénanthroline, pour le dosage du fer dans l'hydroxyde de potassium à usage industriel.

Cette méthode est plus sensible et d'emploi plus général que la méthode au 2,2'-bipyridyle, spécifiée dans l'ISO/R 994.

2 DOMAINE D'APPLICATION

La méthode est applicable aux produits dont la teneur en fer est égale ou supérieure à 0,3 mg/kg.

3 PRINCIPE

Réduction préalable du fer trivalent par le chlorure d'hydroxylammonium. Formation du complexe fer bivalent/1,10-phénanthroline en milieu tamponné. Mesurage photométrique du complexe coloré à une longueur d'onde aux environs de 510 nm.

4 RÉACTIFS

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

4.1 Acide chlorhydrique, ρ 1,19 g/ml environ, solution à 38 % (m/m) ou 12 N environ.

4.2 Hydroxyde d'ammonium, ρ 0,91 g/ml environ, solution à 25 % de NH_3 (m/m) ou 13 N environ, dont la teneur en fer est au maximum de 0,2 mg/kg.

4.3 Chlorure d'hydroxylammonium, $(\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl})$, solution à 10 g/l.

4.4 Solution tampon, pH 4,9.

Dissoudre 272 g d'acétate de sodium trihydraté $(\text{CH}_3\text{COONa}\cdot 3\text{H}_2\text{O})$ dans 500 ml d'eau environ. Ajouter à la solution 240 ml d'acide acétique cristallisable (ρ 1,05 g/ml environ, 99 à 100 % (m/m) ou 17,4 N environ) et compléter le volume à 1 000 ml.

4.5 Eau de brome, saturée à la température ambiante.

4.6 Chlorhydrate de 1,10-phénanthroline, monohydraté $(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2\cdot\text{HCl}\cdot\text{H}_2\text{O})$ solution à 2,5 g/l.

Ce produit peut être remplacé par la 1,10-phénanthroline monohydratée $(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2\cdot\text{H}_2\text{O})$.

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

Dissoudre 1,404 3 g de sulfate double d'ammonium et de fer(II) hexahydraté $[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2\cdot 6\text{H}_2\text{O}]$, pesés à 0,0001 g près, dans 200 ml d'eau. Ajouter 20 ml d'acide sulfurique ρ 1,84 g/ml environ, refroidir jusqu'à la température ambiante, compléter le volume à 1 000 ml en fiole jaugée et homogénéiser.

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

Transvaser 25,0 ml de la solution étalon de fer (4.7), dans une fiole jaugée de 500 ml, compléter au volume et homogénéiser.

Préparer cette solution au moment de l'emploi.

1 ml de cette solution étalon contient 0,010 mg de Fe.

4.9 Méthylorange, solution à 0,5 g/l.

5 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Spectrophotomètre, ou

5.2 Photocolorimètre, muni de filtres assurant un maximum de transmission entre 500 et 520 nm.

6 MODE OPÉRATOIRE

6.1 Prise d'essai

Peser, à 0,1 g près, dans un vase à peser à couvercle en verre rodé, une masse de l'échantillon pour essai¹⁾, solide ou liquide, contenant entre 35 et 40 g de KOH.

6.2 Essai à blanc

Introduire dans un bécher de 600 ml, 25 ml d'eau et un volume de la solution d'acide chlorhydrique (4.1) identique à celui utilisé pour neutraliser la prise d'essai (voir 6.4.1).

¹⁾ Voir ISO 2466, Hydroxyde de potassium à usage industriel — Prélèvement — Échantillon pour essai — Préparation de la solution principale pour l'exécution de certains dosages.

Ajouter 40 ml de la solution d'hydroxyde d'ammonium (4.2), 5 gouttes de la solution de méthylorange (4.9), puis poursuivre la neutralisation au moyen de la solution d'hydroxyde d'ammonium (4.2). Ajouter de la solution d'acide chlorhydrique (4.1), goutte à goutte, jusqu'à virage au rouge, puis encore un excès de 2 ml de cet acide. Introduire 5 ml d'eau de brome (4.5), pour décolorer l'indicateur, faire bouillir pendant 5 min, refroidir jusqu'à la température ambiante, transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 250 ml, compléter au volume et homogénéiser. Poursuivre comme indiqué en 6.4.2.

6.3 Établissement de la courbe d'étalonnage

6.3.1 Préparation des solutions témoins se rapportant à des mesurages photométriques effectués avec un parcours optique de 5 cm.

Dans une série de cinq fioles jaugées de 100 ml, introduire les quantités de la solution étalon de fer (4.8) indiquées dans le tableau suivant :

Solution étalon de fer (4.8)	Masse correspondante de Fe
ml	mg
0*	0
2,5	0,025
5,0	0,050
10,0	0,100
15,0	0,150

* Solution de compensation

Ajouter dans chaque fiole 0,5 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.1) et la quantité d'eau nécessaire pour atteindre le volume de 50 ml environ. Introduire ensuite 5 ml de la solution de chlorure d'hydroxylammonium (4.3), 5 ml de la solution de chlorhydrate de 1,10-phénanthroline (4.6) et 25 ml de la solution tampon (4.4).

Compléter au volume, homogénéiser et attendre 10 min.

6.3.2 Mesurages photométriques

Effectuer les mesurages photométriques à l'aide du spectrophotomètre (5.1) à une longueur d'onde aux environs de 510 nm, ou à l'aide du photocolorimètre (5.2), muni de filtres appropriés, après avoir ajusté l'appareil au zéro d'absorbance par rapport à la solution de compensation.

6.3.3 Tracé de la courbe

Tracer un graphique en portant, par exemple, sur l'axe des abscisses, les valeurs exprimées en milligrammes des quantités de fer (Fe) contenues dans 100 ml de solution témoin et sur l'axe des ordonnées les valeurs correspondantes de l'absorbance.

6.4 Dosage

6.4.1 Préparation de la solution d'essai

Introduire la prise d'essai (6.1) dans un bécher de 1 000 ml. Ajouter 120 ml d'eau, puis neutraliser avec précaution au moyen de la solution d'acide chlorhydrique (4.1) en présence de 5 gouttes de la solution de méthylorange (4.9). Ajouter un excès de 2 ml de cet acide puis 5 ml d'eau de brome (4.5). Faire bouillir pendant 5 min, refroidir jusqu'à la température ambiante, transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 250 ml, compléter au volume et homogénéiser.

6.4.2 Développement de la coloration

Dans une fiole jaugée de 100 ml, introduire 50,0 ml de la solution d'essai (6.4.1). Ajouter 5 ml de la solution de chlorure d'hydroxylammonium (4.3), 5 ml de la solution de chlorhydrate de 1,10-phénanthroline (4.6) et 25 ml de la solution tampon (4.4). Compléter au volume, homogénéiser et attendre 10 min.

6.4.3 Mesurage photométrique

Mesurer l'absorbance de la solution (6.4.2) selon les modalités de 6.3.2 après avoir réglé l'appareil au zéro d'absorbance par rapport à l'essai à blanc (6.2).

7 EXPRESSION DES RÉSULTATS

Au moyen de la courbe d'étalonnage (6.3), déterminer la quantité de Fe correspondant à la valeur de l'absorbance mesurée.

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

$$m_1 \times \frac{250}{50} \times \frac{1\ 000}{m_0} = \frac{5\ 000\ m_1}{m_0}$$

où

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai;

m_1 est la masse, en milligrammes, de Fe trouvée dans la partie aliquote de la solution d'essai.

8 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

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

- a) référence de la méthode utilisée;
- b) résultats, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;
- c) compte-rendu de tous détails particuliers éventuels relevés au cours de l'essai;
- d) compte-rendu de toutes opérations non prévues dans la présente Norme Internationale ou dans les normes auxquelles elle fait référence, ou facultatives.