
**Analyse chimique de matériaux
réfractaires, du verre et d'émaux —
Dosage de Fe²⁺ et Fe³⁺ par la méthode
spectrophotométrique en utilisant la
1,10-phénanthroline**

*Chemical analysis of refractory material glass and glazes —
Determination of Fe²⁺ and Fe³⁺ by the spectral photometric method with
1,10-phenanthroline*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 14719:2011

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0cac5509-3399-4d49-8b64-96dcf2b1a8f5/iso-14719-2011>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 14719:2011

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0cac5509-3399-4d49-8b64-96dcf2b1a8f5/iso-14719-2011>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2011

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	2
4 Principe des méthodes A et B	2
5 Préparation des échantillons	2
6 Interférences	2
7 Désintégration de l'échantillon et mesurage	3
8 Calcul et expression des résultats	9
9 Rapport d'essai	10
Annexe A (informative) Fidélité	11
Bibliographie	13

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 14719:2011](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0cac5509-3399-4d49-8b64-96dcf2b1a8f5/iso-14719-2011)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0cac5509-3399-4d49-8b64-96dcf2b1a8f5/iso-14719-2011>

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 en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

L'ISO 14719 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 33, *Matériaux réfractaires*.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 14719:2011
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0cac5509-3399-4d49-8b64-96dcf2b1a8f5/iso-14719-2011>

Analyse chimique de matériaux réfractaires, du verre et d'émaux — Dosage de Fe²⁺ et Fe³⁺ par la méthode spectrophotométrique en utilisant la 1,10-phénanthroline

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode spectrophotométrique utilisant la 1,10-phénanthroline pour le dosage quantitatif de Fe²⁺ et Fe³⁺ dans des matières premières et des matières de base oxydes pour les céramiques, les verres et les émaux, par exemple les matériaux réfractaires contenant des feldspaths, de la kaolinite, de l'argile, du calcaire, du quartz. La présente Norme internationale pourrait être étendue à d'autres matériaux aluminosilicates, à condition de produire des données d'incertitude pour l'étayer. La décomposition des échantillons d'alumine et de minerai de chrome de haute pureté peut toutefois s'avérer problématique.

Cette méthode ne convient pas aux matériaux réduits tels que le carbure de silicium, le graphite-magnésie, etc.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 648, *Verrerie de laboratoire — Pipettes à un volume*

ISO 1042, *Verrerie de laboratoire — Fioles jaugées à un trait*

ISO 3696, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai*

ISO 5022, *Produits réfractaires façonnés — Échantillonnage et contrôle de réception*

ISO 6286, *Spectrométrie d'absorption moléculaire — Vocabulaire — Généralités — Appareillage*

ISO 8656-1, *Produits réfractaires — Échantillonnage des matières premières et des matériaux non façonnés préparés — Partie 1: Schéma d'échantillonnage*

ISO 10725, *Plans et procédures d'échantillonnage pour acceptation pour le contrôle de matériaux en vrac*

ISO 11648-2, *Aspects statistiques de l'échantillonnage des matériaux en vrac — Partie 2: Échantillonnage des matériaux particuliers*

ISO 12677, *Analyse chimique des matériaux réfractaires par fluorescence de rayons-X — Méthode de la perle fondue*

ISO 26845, *Analyse chimique des matériaux réfractaires — Exigences générales pour les méthodes d'analyse chimique par voie humide, par spectrométrie d'absorption atomique (AAS) et par spectrométrie d'émission atomique avec plasma induit par haute fréquence (ICP-AES)*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions donnés dans l'ISO 26845 s'appliquent.

4 Principe des méthodes A et B

Les échantillons sont digérés dans un mélange d'acide fluorhydrique et d'acide sulfurique. En présence d'un agent complexant, la 1,10-phénanthroline, les ions Fe^{2+} forment un complexe rose. La teneur en complexe rose est mesurée par photométrie à 510 nm dans une solution aqueuse. Les résultats quantitatifs sont obtenus par étalonnage avec des solutions de référence. La somme du dosage des deux espèces de fer correspond à la teneur totale en fer.

La présente Norme internationale fournit deux techniques de mise en solution de l'échantillon. La méthode A nécessite une quantité d'échantillon dix fois plus grande (500 mg) que la méthode B (20 mg à 30 mg). Par conséquent, la quantité de réactifs nécessaire est réduite pour la méthode B. Les deux méthodes recourent à une mise en solution de l'échantillon dans $HF-H_2SO_4$.

Les méthodes A et B mettent en œuvre des stratégies différentes pour éviter l'oxydation de Fe^{2+} en Fe^{3+} pendant la mise en solution de l'échantillon et le mesurage. Tandis que les échantillons réagissent dans un récipient de réaction hermétique à l'air et à la lumière en présence d'azote dans la méthode A, la solution est stabilisée à l'acide nitrilotriacétique dans de simples contenants en polystyrène refroidis par de la glace dans la méthode B.

Les deux méthodes sont applicables à toute la gamme de matériaux couverts par le domaine d'application de la présente Norme internationale. Pour les échantillons d'apparence plus hétérogène, une masse d'échantillon plus élevée pour la préparation peut conduire à une meilleure reproductibilité des résultats. Dans ce cas, c'est la méthode A qui doit être appliquée.

5 Préparation des échantillons

ISO 14719:2011
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0cac5509-3399-4d49-8b64-96dc2b1a8f5/iso-14719-2011>

L'échantillonnage doit être réalisé conformément à l'ISO 5022 ou à l'ISO 8656-1 en se référant, le cas échéant, à l'ISO 10725 et à l'ISO 11648-2.

L'échantillon doit être broyé jusqu'à l'obtention d'une granulométrie inférieure à 63 μm , puis conservé dans un flacon à prélèvement muni d'un bouchon dans un dessiccateur.

Les échantillons doivent être séchés à 110 °C jusqu'à masse constante avant le dosage de Fe^{2+}/Fe^{3+} .

Peser avec précision la quantité d'échantillon pour la mise en solution.

NOTE Dans la plupart des matériaux réfractaires, le séchage des échantillons ne modifie pas la teneur en Fe^{2+} ; le taux d'humidité peut varier dans le temps.

6 Interférences

Le dosage de Fe^{2+}/Fe^{3+} peut être perturbé par des interférences avec d'autres ions polyvalents, tels As^{5+}/As^{3+} , Sb^{5+}/Sb^{3+} , par exemple. La formation d'un précipité insoluble, par exemple du sulfate de plomb et de baryum, peut également perturber le dosage.

7 Désintégration de l'échantillon et mesurage

7.1 Méthode A

7.1.1 Réactifs

Des réactifs de qualité analytique reconnue doivent être utilisés pour cette analyse.

7.1.1.1 Eau, conforme à l'ISO 3696, au moins de qualité 2.

7.1.1.2 Acide sulfurique, H_2SO_4 , $\rho = 1,84 \text{ g/cm}^3$.

7.1.1.3 Acide sulfurique, (1 + 1).

7.1.1.4 Acide fluorhydrique, HF , $\rho = 1,13 \text{ g/cm}^3$.

7.1.1.5 Acide fluorhydrique, sans agents réducteurs.

Transvaser 50 ml d'acide fluorhydrique (7.1.1.4) dans une cuve en platine. Ajouter une goutte de solution de KMnO_4 à 0,02 mol/l (7.1.1.15). Chauffer sur un bain de vapeur jusqu'à réduction du permanganate. Laisser refroidir et conserver dans un flacon en polyéthylène.

7.1.1.6 Solution d'acide borique.

Ajouter 90 g d'acide borique (H_3BO_3) à 1 800 ml d'eau.

7.1.1.7 Chlorure d'hydroxylammonium, $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$, 100 g/l

7.1.1.8 Solution de 1,10-phénanthroline, 5 g/l

7.1.1.9 Acétate d'ammonium, $\text{CH}_3\text{COONH}_4$, (environ 50 % en masse).

Dissoudre 50 g d'acétate d'ammonium dans 50 ml d'eau.

7.1.1.10 Sulfate d'ammonium et de fer(II) hexahydraté, $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2\cdot 6\text{H}_2\text{O}$.

7.1.1.10.1 Solution mère de fer, 1 ml = 1 mg Fe.

Peser 3,510 8 g de sulfate d'ammonium et de fer(II) hexahydraté [$\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2\cdot 6\text{H}_2\text{O}$] (7.1.1.10) et transvaser dans une fiole jaugée de 500 ml. Dissoudre dans l'eau, ajouter de 8 ml à 10 ml d'acide chlorhydrique ($\rho = 1,19 \text{ g/cm}^3$), diluer au volume et mélanger.

7.1.1.10.2 Solution étalon de fer, 1 ml = 0,01 mg Fe.

Dans une fiole jaugée, diluer 10 ml de la solution mère de fer avec de l'eau déionisée au volume de 1 000 ml.

7.1.1.11 Azote, haute qualité.

Il convient que la bouteille soit munie d'un détendeur à double détente et d'un régulateur de débit permettant un débit compris entre 28 l/h et 280 l/h.

7.1.1.12 Acide chlorhydrique, HCl , $\rho = 1,19 \text{ g/cm}^3$.

7.1.1.13 Acide chlorhydrique, (1 + 4).

7.1.1.14 Acide chlorhydrique, (1 + 12).

7.1.1.15 Solution de permanganate de potassium, KMnO_4 , 0,02 mol/l (3,160 64 g/l).

7.1.2 Appareillage

Pour les solutions ne contenant pas d'acide fluorhydrique, un appareillage de laboratoire ordinaire et la verrerie de laboratoire courante en verre borosilicaté, conformes aux exigences des Normes internationales pertinentes, doivent être utilisés.

Pour les solutions contenant de l'acide fluorhydrique ou tout autre fluorure acide, un appareillage en plastique doit être utilisé. Des fioles graduées en plastique doivent être utilisées pour les solutions mères des échantillons et les solutions d'étalonnage, etc.

Les béchers, les flacons, les fioles jaugées et les pipettes doivent au préalable être remplis d'acide chlorhydrique (7.1.1.14) à 90 % de leur capacité pendant une nuit. Après conditionnement, ils doivent être lavés à grande eau.

- 7.1.2.1 **Balance analytique**, permettant une lecture à 0,1 mg près.
- 7.1.2.2 **Fioles jaugées**, répondant aux exigences de la classe A de l'ISO 1042.
- 7.1.2.3 **Pipettes**, de capacité suffisante et répondant aux exigences de la classe A de l'ISO 648.
- 7.1.2.4 **Agitateur magnétique**.
- 7.1.2.5 **Spectromètre d'absorption moléculaire**, conforme aux exigences de l'ISO 6286.
- 7.1.2.6 **Cellules optiques**, recommandées par le fabricant du spectromètre.
- 7.1.2.7 **Plaque chauffante**.
- 7.1.2.8 **Récipient de réaction**. Flacon ou bécher en plastique ou en polytétrafluoroéthylène (PTFE) d'une capacité de 250 ml.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0cac5509-3399-4d49-8b64-81c201a85134/iso-14719-2011>

Le récipient est utilisé pour exclure l'air (oxygène) lors de la réaction de l'échantillon avec les réactifs. Le récipient peut être muni d'un bouchon en caoutchouc, comme illustré à la Figure 1, ou le récipient peut être un bécher dont on a supprimé le rebord et sur lequel est posé le fond d'un autre récipient pourvu des ouvertures appropriées pour l'introduction d'un gaz de purge, de réactifs et d'un tuyau de purge. La surface du récipient doit être peinte en noir pour empêcher le passage de la lumière.

Le récipient comprend les éléments décrit en 7.1.2.8.1 à 7.1.2.8.5.

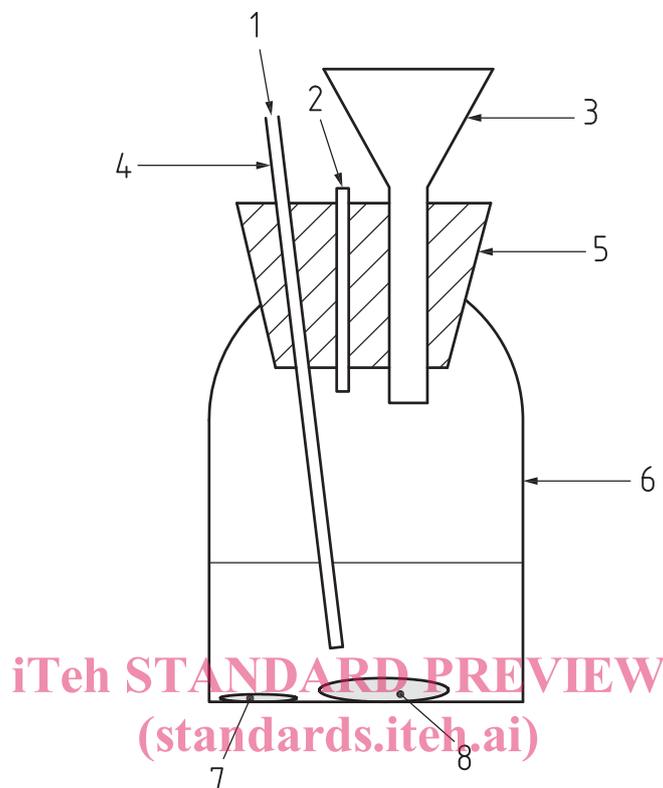
- 7.1.2.8.1 **Flacon ou bécher en plastique ou en PTFE**, d'une capacité de 250 ml.
- 7.1.2.8.2 **Tube en plastique**, utilisé pour introduire le gaz de purge dans le récipient. Il est recommandé d'utiliser entre le tube en plastique et la bouteille de gaz un raccord permettant de les brancher et de les débrancher facilement.
- 7.1.2.8.3 **Entonnoir à poudre en plastique**, permettant d'ajouter les réactifs à l'échantillon sans interférer avec l'atmosphère purgée du récipient.
- 7.1.2.8.4 **Tuyau de purge**, permettant l'évacuation de gaz lors de l'ajout de réactifs au moyen de l'entonnoir à poudre.

En l'absence d'un tel tuyau, les réactifs risqueraient d'être refoulés à travers l'entonnoir au moment de leur introduction en raison d'une surpression à l'intérieur du récipient.

- 7.1.2.8.5 **Barreau d'agitateur magnétique**, avec revêtement en plastique.
- 7.1.2.9 **Béchers**, d'une capacité de 100 ml.
- 7.1.2.10 **pH-mètre**.

7.1.2.11 Cuve en platine, d'une capacité convenable.

7.1.2.12 Peinture noire du commerce, en bombe aérosol.



ISO 14719:2011

Légende

- 1 entrée de gaz <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0cac5509-3399-4d49-8b64-96dcf2b1a8f5/iso-14719-2011>
- 2 tuyau de purge
- 3 entonnoir à poudre en plastique
- 4 tube en plastique
- 5 bouchon en caoutchouc
- 6 flacon ou bécher en PTFE ou en plastique
- 7 échantillon
- 8 barreau d'agitateur magnétique

Figure 1 — Récipient de réaction du fer ferreux

7.1.3 Courbe d'étalonnage du fer

Dans une série de béchers de 100 ml (7.1.2.9), ajouter des aliquotes appropriées de solution étalon de fer diluée (7.1.1.10.2) pour couvrir la plage de 0 µg à 400 µg de Fe²⁺. Dans chaque bécher, diluer la solution à 50 ml avec de l'eau. Ajouter dans chaque bécher 5 ml de solution de chlorure d'hydroxylammonium (7.1.1.7) et 5 ml de solution de 1,10-phénanthroline (7.1.1.8). Ajuster le pH des solutions à 3,5 à l'aide d'un pH-mètre (7.1.2.10) en ajoutant de l'acide chlorhydrique (7.1.1.14) ou de l'acétate d'ammonium (7.1.1.9). Transvaser les solutions dans des fioles jaugées de 100 ml (7.1.2.2). Diluer au volume avec de l'eau et mélanger soigneusement. Laisser reposer pendant 15 min.

Mesurer l'absorbance optique des solutions par rapport à l'eau à 510 nm dans les cellules appropriées du spectrophotomètre (7.1.2.5).

Tracer la courbe de la concentration (microgrammes de fer par millilitre de solution de mesure) en fonction de l'absorbance optique sur un papier millimétré.