

---

NORME INTERNATIONALE



1389 / XI

---

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

---

**Anhydride phtalique à usage industriel — Méthodes d'essai —  
Partie XI : Dosage du fer — Méthode photométrique au  
bipyridyle-2,2'**

*Phthalic anhydride for industrial use — Methods of test —  
Part XI : Determination of iron content — 2,2'-Bipyridyl photometric method*

Première édition — 1977-03-15

ITIH STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)  
ISO 1389-11:1977  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f804bc58-8a34-4dfb-ab4c-76bed30c69b3/iso-1389-11-1977>



---

CDU 661.73 : 620.1 : 543.8

Réf. n° : ISO 1389/XI-1977 (F)

**Descripteurs** : anhydride phtalique, essai, analyse chimique, détermination, coloration, point de cristallisation, acidité, anhydride phtalique, anhydride maléïque, cendre, impureté, fer, naphthoquinone.

## 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 1389-1970 peut, du point de vue technique, être transformée. Toutefois, le comité technique a divisé la recommandation en onze parties (ISO 1389 parties I à XI), qui remplacent donc la Recommandation ISO/R 1389-1970, à laquelle elles sont techniquement identiques.

Les comités membres des pays suivants avaient approuvé la Recommandation ISO/R 1389 :

Afrique du Sud, Rép. d'	France	Roumanie
Allemagne	Hongrie	Royaume-Uni
Autriche	Inde	Suède
Belgique	Iran	Suisse
Brésil	Irlande	Tchécoslovaquie
Corée, Rép. de	Italie	Thaïlande
Cuba	Nouvelle-Zélande	Turquie
Égypte, Rép. arabe d'	Pays-Bas	
Espagne	Portugal	

Aucun comité membre ne l'avait désapprouvée.

Les comités membres des pays suivants ont désapprouvé la transformation de la recommandation en Norme internationale :

France  
Pays-Bas

# Anhydride phtalique à usage industriel — Méthodes d'essai — Partie XI : Dosage du fer — Méthode photométrique au bipyridyle-2,2'

## iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

### 1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente partie de l'ISO 1389 spécifie une méthode photométrique au bipyridyle-2,2' pour le dosage du fer dans l'anhydride phtalique à usage industriel.

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

### 2 PRINCIPE

Dissolution à chaud, par l'acide chlorhydrique, du résidu provenant de la détermination des cendres d'une prise d'essai (voir partie VIII). 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 chlorhydrique**,  $\rho$  1,19 g/ml environ, solution à 38 % (m/m) ou 12 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 100 ml d'une solution d'acide chlorhydrique 1 N environ.

**3.7 Fer**, solution étalon correspondant à 0,100 g de Fe par litre.

Peser, à 0,000 1 g près, 0,702 2 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 50 ml d'une solution d'acide sulfurique 5 N environ. Transvaser quantitativement la solution obtenue dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 0,100 mg de Fe.

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

Introduire, dans une fiole jaugée de 1 000 ml, 100 ml de la solution étalon de fer (3.7), compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 10  $\mu\text{g}$  de Fe.

Préparer cette solution au moment de l'emploi.

**4 APPAREILLAGE**

Matériel courant de laboratoire, et

**4.1 Spectrophotomètre, ou**

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

**4.3 Agitateur, en fil de platine.**

**4.4 Bain d'eau bouillante.**

**5 MODE OPÉRATOIRE**

**5.1 Établissement de la courbe d'étalonnage**

**5.1.1 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 (3.8) indiqués dans le tableau suivant :

Solution étalon de fer (3.8)	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.

**5.1.4 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 (5.1.1) et, sur l'axe des ordonnées, les valeurs correspondantes des absorbances mesurées.

**5.2 Dosage**

**5.2.1 Préparation de la solution d'essai**

Dans la capsule en platine ou en silice contenant le résidu provenant de la détermination des cendres (voir partie VIII), ajouter 5 ml de la solution d'acide chlorhydrique (3.1). Chauffer la capsule sur bain d'eau bouillante, en agitant avec l'agitateur en fil de platine (4.3) jusqu'à dissolution complète du résidu. Laisser refroidir et transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 100 ml.

**5.2.2 Développement de la coloration**

Procéder au développement de la coloration selon les modalités spécifiées en 5.1.2, mais en omettant l'addition des 20 ml de la solution d'acide nitrique (3.2).

**5.2.3 Mesure photométrique**

Effectuer le mesurage photométrique de la solution d'essai selon les modalités spécifiées en 5.1.3, après avoir ajusté l'appareil au zéro d'absorbance par rapport à l'eau.

NOTE – Comme variante au mesurage de l'absorbance, la solution d'essai, préparée selon les modalités spécifiées en 5.2.1 et 5.2.2, 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.

**5.1.2 Développement de la coloration**

Traiter le contenu de chaque fiole de la façon suivante :

Ajouter 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'hydroxylammonium (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 et homogénéiser.

**5.1.3 Mesures photométriques**

À l'aide du spectrophotomètre (4.1) réglé à une longueur d'onde aux environs de 510 nm, ou de l'électrophotomètre (4.2) 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.

**6 EXPRESSION DES RÉSULTATS**

Au moyen de la courbe d'étalonnage (5.1.4), 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

$$\frac{m_1}{m_0}$$

où

$m_0$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai prélevée pour la détermination des cendres (voir partie VIII);

$m_1$  est la masse, en microgrammes, de fer trouvée dans la solution d'essai (5.2.1).

## ANNEXE

## PUBLICATIONS ISO RELATIVES À L'ANHYDRIDE PHTALIQUE À USAGE INDUSTRIEL

ISO 1389/I – Généralités.

ISO 1389/II – Mesurage de la coloration du produit fondu.

ISO 1389/III – Mesurage de la stabilité de la coloration.

ISO 1389/IV – Mesurage de la coloration après traitement à l'acide sulfurique.

ISO 1389/V – Détermination de l'acidité libre – Méthode potentiométrique.

ISO 1389/VI – Détermination de la teneur en anhydride phtalique – Méthode titrimétrique.

ISO 1389/VII – Dosage de l'anhydride maléique – Méthode polarographique.

ISO 1389/VIII – Détermination des cendres.

ISO 1389/IX – Détermination des matières oxydables à froid par le permanganate de potassium – Méthode iodométrique.

ISO 1389/X – Dosage de la naphtalène-1,4 – Méthode colorimétrique.

ISO 1389/XI – Dosage du fer – Méthode photométrique au bipyridyle-2,2'.

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO 1389-11:1977](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f804bc58-8a34-4dfb-ab4c-76bed30c69b3/iso-1389-11-1977)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f804bc58-8a34-4dfb-ab4c-76bed30c69b3/iso-1389-11-1977>

Page blanche

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO 1389-11:1977](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f804bc58-8a34-4dfb-ab4c-76bed30c69b3/iso-1389-11-1977)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f804bc58-8a34-4dfb-ab4c-76bed30c69b3/iso-1389-11-1977>

Page blanche

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 1389-11:1977

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f804bc58-8a34-4dfb-ab4c-76bed30c69b3/iso-1389-11-1977>

Page blanche

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 1389-11:1977

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f804bc58-8a34-4dfb-ab4c-76bed30c69b3/iso-1389-11-1977>