
NORME INTERNATIONALE 1390 / VI

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

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

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

STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Première édition — 1977-06-01

[ISO 1390-6:1977](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b723fec7-5839-46f7-a3ec-0896d4928e92/iso-1390-6-1977>

CDU 661.73 : 620.1 : 543.8

Réf. n° : ISO 1390/VI-1977 (F)

Descripteurs : anhydride maléique, essai, analyse chimique, détermination, coloration, point de cristallisation, acidité, cendre, fer.

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 1390-1970 peut, du point de vue technique, être transformée. Toutefois, le comité technique a divisé la recommandation en six parties (ISO 1390 parties I à VI), qui remplacent donc la Recommandation ISO/R 1390-1970, à laquelle elles sont techniquement identiques.

Les comités membres des pays suivants avaient approuvé la Recommandation ISO/R 1390 :

Afrique du Sud, Rép. d'	Hongrie	Roumanie
Allemagne	Inde	Royaume-Uni
Autriche	Iran	Suède
Belgique	Irlande	Suisse
Brésil	Italie	Tchécoslovaquie
Corée, Rép. de	Nouvelle-Zélande	Thaïlande
Cuba	Pays-Bas	Turquie
Espagne	Pologne	U.R.S.S.
France	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 maléique à usage industriel – Méthodes d'essai – Partie VI : 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 1390 spécifie une méthode photométrique au bipyridyle-2,2' pour le dosage du fer dans l'anhydride maléique 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 V). 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, ρ 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 3 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 μg 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.

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 4 ou 5 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.

5.1.2 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.

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 V), 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 de la solution d'essai (5.2.1) 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

Après développement de la coloration de la solution d'essai, effectuer le mesurage photométrique 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.

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 V);

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 MALÉIQUE À USAGE INDUSTRIEL

ISO 1390/I – Généralités.

ISO 1390/II – Mesurage de la coloration du produit fondu.

ISO 1390/III – Détermination de l'acidité libre – Méthode potentiométrique.

ISO 1390/IV – Détermination de la teneur en anhydride maléique – Méthode titrimétrique.

ISO 1390/V – Détermination des cendres.

ISO 1390/VI – Dosage du fer – Méthode photométrique au bipyridyle-2,2'.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 1390-6:1977](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b723fec7-5839-46f7-a3ec-0896d4928e92/iso-1390-6-1977)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b723fec7-5839-46f7-a3ec-0896d4928e92/iso-1390-6-1977>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 1390-6:1977](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b723fec7-5839-46f7-a3ec-0896d4928e92/iso-1390-6-1977)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b723fec7-5839-46f7-a3ec-0896d4928e92/iso-1390-6-1977>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1390-6:1977

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b723fec7-5839-46f7-a3ec-0896d4928e92/iso-1390-6-1977>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1390-6:1977

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b723fec7-5839-46f7-a3ec-0896d4928e92/iso-1390-6-1977>