
NORME INTERNATIONALE



1391 / III

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

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

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

ITEH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Première édition — 1976-12-15

Corrigée et réimprimée 1977-01-06

[ISO 1391-3:1976](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4bc59d63-7ab0-4de5-851c-9298fa002f7f/iso-1391-3-1976>

CDU 661.727.1 : 620.1 : 543.8

Réf. n° : ISO 1391/III-1976 (F)

Descripteurs : paraformaldéhyde, essai, analyse chimique, dosage, cendre, fer, impureté.

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 1391-1970 peut, du point de vue technique, être transformée. Toutefois, le comité technique a divisé la recommandation en quatre parties (ISO 1391 parties I à IV), qui remplacent donc la Recommandation ISO/R 1391-1970, à laquelle elles sont techniquement identiques.

Les comités membres des pays suivants avaient approuvé la Recommandation ISO/R 1391 :

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

Le comité membre du pays suivant l'avait désapprouvée pour des raisons techniques :

Inde

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

France
Pays-Bas

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

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente partie de l'ISO 1391 spécifie une méthode photométrique au bipyridyle-2,2' pour le dosage du fer dans le paraformaldéhyde à usage industriel.

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

2 PRINCIPE

Transformation à l'état de sulfate du fer présent dans une prise d'essai par l'acide sulfurique chaud.

Oxydation du fer présent dans la solution par le peroxyde d'hydrogène, suivie de la réduction, par le chlorure d'hydroxylammonium, du fer trivalent. 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 sulfurique, solution 5 N environ.

3.2 Peroxyde d'hydrogène, solution à 150 g/l.

3.3 Chlorure d'hydroxylammonium ($\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$), solution à 100 g/l.

3.4 Acétate d'ammonium ($\text{CH}_3\text{COONH}_4$), solution à 500 g/l.

3.5 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.

3.6 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 $[(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4\cdot\text{FeSO}_4\cdot 6\text{H}_2\text{O}]$, et le dissoudre dans 50 ml de la solution d'acide sulfurique (3.1). 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.

3.7 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 (3.6), 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 aux environs de 510 nm.

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 béchers de 400 ml, introduire les volumes de la solution étalon de fer (3.7) indiqués dans le tableau suivant :

Solution étalon de fer (3.7)	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.

Ajouter, à chaque bécher, par petites fractions successives, 10 ml de la solution de peroxyde d'hydrogène (3.2) et 10 ml de la solution d'acide sulfurique (3.1), puis chauffer sur bain de sable, sous une hotte à fumées, jusqu'à dégagement de vapeurs acides.

5.1.2 Développement de la coloration

Traiter le contenu de chaque bécher de la façon suivante :

Laisser refroidir à la température ambiante et transvaser quantitativement les solutions dans des fioles jaugées de 100 ml. Ajouter, à chacune, 2 ml de la solution de chlorure d'hydroxylammonium (3.3). Homogénéiser et laisser reposer durant 2 min. Ajouter ensuite 30 ml de la solution d'acétate d'ammonium (3.4) et 5 ml de la solution de bipyridyle-2,2' (3.5). 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 Prise d'essai

Dans un bécher de 400 ml, peser, avec précision, 3 à 4 g de l'échantillon pour essai.

5.2.2 Préparation de la solution d'essai

Dans le bécher contenant la prise d'essai (5.2.1), ajouter 20 ml d'eau puis 10 ml de la solution d'acide sulfurique

(3.1). Chauffer le mélange sur bain de sable, sous une hotte à fumées, jusqu'à dégagement de vapeurs acides.

Laisser refroidir à la température ambiante. Ajouter, par petites fractions successives, 10 ml de la solution de peroxyde d'hydrogène (3.2) et chauffer sur bain de sable, sous une hotte à fumées, jusqu'à dégagement de vapeurs acides.

5.2.3 Développement de la coloration

Procéder au développement de la coloration de la solution d'essai selon les modalités spécifiées en 5.1.2.

5.2.4 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 5.2.2 et 5.2.3, 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 (5.2.1);

m_1 est la masse, en microgrammes, de fer trouvée dans la solution d'essai (5.2.2).

ANNEXE

PUBLICATIONS ISO RELATIVES AU PARAFORMALDÉHYDE À USAGE INDUSTRIEL

ISO 1391/I — Généralités.

ISO 1391/II — Détermination des cendres.

ISO 1391/III — Dosage du fer — Méthode photométrique au bipyridyle-2,2'.

ISO 1391/IV — Détermination des matières insolubles dans l'eau.