

ISO

ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

RECOMMANDATION ISO R 1595

URÉE À USAGE INDUSTRIEL

iTeh STANDARD PREVIEW
(standard.itoh)

DOSAGE DU FER

MÉTHODE PHOTOMÉTRIQUE AU 2,2'-BIPYRIDYLE

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/99d91695-4b13-4597-9bb3-ae48c7228a0f/iso-r-1595-1970>

1^{ère} ÉDITION

Juillet 1970

REPRODUCTION INTERDITE

Le droit de reproduction des Recommandations ISO et des Normes ISO est la propriété des Comités Membres de l'ISO. En conséquence, dans chaque pays, la reproduction de ces documents ne peut être autorisée que par l'organisation nationale de normalisation de ce pays, membre de l'ISO.

Seules les normes nationales sont valables dans leurs pays respectifs.

Imprimé en Suisse

Ce document est également édité en anglais et en russe. Il peut être obtenu auprès des organisations nationales de normalisation.

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO/R 1595:1970

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/99d91695-4b13-4597-9bb3-ae48c7228a0f/iso-r-1595-1970>

HISTORIQUE

La Recommandation ISO/R 1595, *Urée à usage industriel – Dosage du fer – Méthode photométrique au 2,2' -bipyridyle*, a été élaborée par le Comité Technique ISO/TC 47, *Chimie*, dont le Secrétariat est assuré par l'Ente Nazionale Italiano di Unificazione (UNI).

Les travaux relatifs à cette question aboutirent à l'adoption du Projet de Recommandation ISO N° 1595, qui fut soumis en février 1969 à l'enquête de tous les Comités Membres de l'ISO. Il fut approuvé, sous réserve de quelques modifications d'ordre rédactionnel, par les Comités Membres suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	Grèce	Portugal
Allemagne	Hongrie	R.A.U.
Australie	Inde	Roumanie
Autriche	Iran	Suède
Belgique	Israël	Suisse
Brésil	Italie	Tchécoslovaquie
Canada	Nouvelle-Zélande	Thaïlande
Chili	Pays-Bas	Turquie
Espagne	Pérou	U.R.S.S.
France	Pologne	Yougoslavie

Le Comité Membre suivant se déclara opposé à l'approbation du Projet :

Royaume-Uni

Ce Projet de Recommandation ISO fut alors soumis par correspondance au Conseil de l'ISO qui décida de l'accepter comme RECOMMANDATION ISO.

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO/R 1595:1970

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/99d91695-4b13-4597-9bb3-ae48c7228a0f/iso-r-1595-1970>

URÉE À USAGE INDUSTRIEL

DOSAGE DU FER

MÉTHODE PHOTOMÉTRIQUE AU 2,2'-BIPYRIDYLE

1. OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Recommandation ISO décrit une méthode photométrique au 2,2'-bipyridyle pour le dosage du fer (Fe) dans l'urée à usage industriel, pour des teneurs supérieures ou égales à 0,000 05 %.

2. PRINCIPE

Calcination du produit à 800 °C et fusion du résidu par l'hydrogénosulfate de potassium anhydre. Reprise chlorhydrique et réduction du fer trivalent par le chlorure d'hydroxylammonium.

Formation du complexe fer bivalent-2,2'-bipyridyle en milieu tamponné (valeur de pH comprise entre 4,5 et 6).

Mesure photométrique du complexe coloré aux environs de 522 nm.

[ISO/R 1595:1970](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/99d91695-4b13-4597-9bb3-ac48c7228a0f/iso-r-1595-1970)

3. RÉACTIFS

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/99d91695-4b13-4597-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/99d91695-4b13-4597-9bb3-ac48c7228a0f/iso-r-1595-1970)

[9bb3-ac48c7228a0f/iso-r-1595-1970](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/99d91695-4b13-4597-9bb3-ac48c7228a0f/iso-r-1595-1970)

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

3.1 *Hydrogénosulfate de potassium anhydre.*

3.2 *Acide chlorhydrique*, solution N environ.

3.3 *Chlorure d'hydroxylammonium*, solution à 100 g/l.

Dissoudre 10 g de chlorure d'hydroxylammonium ($\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$) dans de l'eau et compléter le volume à 100 ml.

3.4 *Acétate d'ammonium*, solution à 300 g/l.

Dissoudre 30 g d'acétate d'ammonium ($\text{CH}_3\text{COONH}_4$) dans de l'eau et compléter le volume à 100 ml.

3.5 *2,2'-bipyridyle*, solution chlorhydrique à 10 g/l.

Dissoudre 1 g de 2,2'-bipyridyle dans 10 ml de la solution d'acide chlorhydrique (3.2) et compléter le volume à 100 ml.

3.6 *Fer, solution étalon*, contenant 2,00 g/l de Fe.

Peser, à 1 mg près, 7,022 g de sulfate double de fer (II) – ammonium hexahydraté, et les placer dans un bécher de capacité convenable. Ajouter 50 ml de solution d'acide sulfurique à 100 g/l et transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 500 ml.

Compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 2,00 mg de Fe.

3.7 *Fer, solution étalon*, contenant 0,20 g/l de Fe.

Prélever 50,0 ml de la solution étalon de fer (3.6), les placer dans une fiole jaugée de 500 ml, ajouter 5 ml de solution d'acide sulfurique à 100 g/l, compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 0,20 mg de Fe.

Préparer au moment de l'emploi.

3.8 *Fer, solution étalon*, contenant 0,010 g/l de Fe.

Prélever 50,0 ml de la solution étalon de fer (3.7), les placer dans une fiole jaugée de 1000 ml, compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 10 µg de Fe.

Préparer au moment de l'emploi.

4. APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire et

4.1 *Capsule en platine* à fond plat, diamètre 50 mm environ, hauteur 25 mm environ.

4.2 *Spectrophotomètre*, ou

4.3 *Electrophotomètre*.

5. MODE OPÉRATOIRE

5.1 **Prise d'essai**

Peser, à 0,1 g près, environ 100 g de l'échantillon pour essai*.

5.2 **Essai à blanc**

Effectuer parallèlement et suivant le même mode opératoire un essai à blanc avec les mêmes quantités de tous les réactifs que celles utilisées pour le dosage.

5.3 **Etablissement de la courbe d'étalonnage**

5.3.1 *Préparation des solutions témoins*, se rapportant à des mesures photométriques effectuées avec des cuves de 1 cm. Dans une série de 11 fioles jaugées de 100 ml, introduire les volumes de la solution étalon de fer (3.8) indiqués dans le tableau suivant :

Volume de solution étalon de fer (3.8)	Masse correspondante de fer (Fe)
ml	µg
0 *	0
5,0	50
10,0	100
15,0	150
20,0	200
25,0	250
30,0	300
35,0	350
40,0	400
45,0	450
50,0	500

* solution de compensation

Ajouter dans chaque fiole d'abord la quantité d'eau nécessaire pour atteindre 50 ml environ, puis successivement, en homogénéisant après chaque addition, 2 ml de la solution d'acide chlorhydrique (3.2) et 2 ml de la solution de chlorure d'hydroxylammonium (3.3). Après 5 minutes, ajouter 5 ml de la solution d'acétate d'ammonium (3.4) et 1 ml de la solution de 2,2' -bipyridyle (3.5). Compléter au volume, homogénéiser et attendre 10 minutes.

* Pour ce dosage, on peut utiliser le résidu provenant du dosage des cendres (voir Recommandation ISO/R 1594, *Urée à usage industriel - Détermination des cendres - Méthode gravimétrique*).

- 5.3.2 *Mesures photométriques.* Effectuer les mesures au spectrophotomètre (4.2) à une longueur d'onde aux environs de 522 nm, ou à l'électrophotomètre (4.3) muni d'un filtre approprié, après avoir ajusté l'appareil au zéro d'absorbance par rapport à la solution de compensation.
- 5.3.3 *Tracé de la courbe d'étalonnage.* 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 et sur l'axe des ordonnées les valeurs correspondantes de l'absorbance.

5.4 Dosage

- 5.4.1 *Préparation de la solution d'essai.* Dans la capsule (4.1) placée sur une petite flamme, introduire par petites fractions la prise d'essai (5.1) en ayant soin d'effectuer les additions au fur et à mesure de la fusion du produit.

Après avoir obtenu une masse solide grise, placer la capsule contenant le produit dans un four électrique réglé à 300 °C environ, augmenter ensuite progressivement la température jusqu'à 800 °C environ et continuer le chauffage jusqu'à calcination complète du résidu de la décomposition.

Retirer la capsule du four et la laisser refroidir. Ajouter dans la capsule $1 \pm 0,01$ g d'hydrogénosulfate de potassium (3.1) et faire fondre sur une flamme. Laisser en fusion pendant 10 minutes, puis laisser refroidir. Reprendre par 2 ml de la solution d'acide chlorhydrique (3.2) et 10 ml environ d'eau, puis chauffer légèrement jusqu'à dissolution. Ensuite, transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 50 ml, (filtrer si nécessaire), compléter au volume et homogénéiser.

- 5.4.2 *Développement de la coloration.* Prélever une partie aliquote de la solution d'essai (5.4.1), contenant de 50 à 500 µg de Fe et la placer dans une fiole jaugée de 100 ml.

Si nécessaire, diluer à 50 ml environ et ajouter ensuite, successivement, en homogénéisant après chaque addition, 2 ml de la solution d'acide chlorhydrique (3.2) et 2 ml de la solution de chlorure d'hydroxylammonium (3.3). Après 5 minutes, ajouter 5 ml de la solution d'acétate d'ammonium (3.4) et 1 ml de la solution de 2,2'-bipyridyle (3.5). Compléter au volume, homogénéiser et attendre 10 minutes.

- 5.4.3 *Mesures photométriques.* Effectuer les mesures photométriques de la solution d'essai et de celle de l'essai à blanc selon les modalités décrites dans le paragraphe 5.3.2, après avoir ajusté l'appareil au zéro d'absorbance, par rapport à l'eau.

ISO/R 1595:1970

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/99d91695-4b13-4597-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/99d91695-4b13-4597-9bb3-ae48c7228a0f/iso-r-1595-1970)

6. EXPRESSION DES RÉSULTATS

9bb3-ae48c7228a0f/iso-r-1595-1970

Au moyen de la courbe d'étalonnage (voir paragraphe 5.3.3), déterminer la quantité de fer correspondant aux valeurs des mesures photométriques. La teneur en fer (Fe) est donnée en pourcentage en masse par la formule

$$\frac{(m_1 - m_2) \times D \times 100}{m_0}$$

où

- m_1 est la masse, en grammes, de fer trouvé dans la partie aliquote de la solution d'essai;
- m_2 est la masse, en grammes, de fer trouvé dans une partie aliquote correspondante de la solution de l'essai à blanc;
- D est le rapport entre le volume de la solution d'essai et la partie aliquote prélevée pour la réaction colorée;
- m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai.

7. PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

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

- la référence de la méthode employée;
- les résultats, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;
- les détails particuliers éventuels relevés au cours de l'essai;
- toutes opérations non prévues dans la présente Recommandation ISO ou toutes opérations facultatives.

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

ISO/R 1595:1970

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/99d91695-4b13-4597-9bb3-ac48c7228a0f/iso-r-1595-1970>