
NORME INTERNATIONALE 1694

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

Cryolithe, naturelle et artificielle — Dosage du fer — Méthode photométrique à la phénanthroline-1,10

Cryolite, natural and artificial — Determination of iron content — 1,10-Phenanthroline photometric method

Première édition — 1976-09-15

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 1694:1976](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/29dc6ea4-f159-4e12-874d-fd0ed49c9224/iso-1694-1976>

CDU 553.634 : 546.72 : 543.422

Réf. n° : ISO 1694-1976 (F)

Descripteurs : minerai d'aluminium, cryolithe, analyse chimique, dosage, fer, méthode spectrophotométrique.

AVANT-PROPOS

L'ISO (Organisation Internationale de Normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (Comités Membres ISO). L'élaboration des Normes Internationales est confiée aux Comités Techniques 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; maintenant, ces documents sont en cours de transformation en Normes Internationales. Compte tenu de cette procédure, le Comité Technique ISO/TC 47 a examiné la Recommandation ISO/R 1694 et est d'avis qu'elle peut, du point de vue technique, être transformée en Norme Internationale. La présente Norme Internationale remplace donc la Recommandation ISO/R 1694-1970 à laquelle elle est techniquement identique.

La Recommandation ISO/R 1694 avait été approuvée par les Comités Membres des pays suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	Grèce	Portugal
Allemagne	Hongrie	Roumanie
Australie	Inde	Royaume-Uni
Autriche	Iran	Suisse
Belgique	Israël	Tchécoslovaquie
Brésil	Italie	Turquie
Canada	Norvège	U.R.S.S.
Égypte, Rép. arabe d'	Nouvelle-Zélande	Yougoslavie
Espagne	Pays-Bas	
France	Pologne	

Aucun Comité Membre n'avait désapprouvé la Recommandation.

Aucun Comité Membre n'a désapprouvé la transformation de la Recommandation ISO/R 1694 en Norme Internationale.

Cryolithe, naturelle et artificielle – Dosage du fer – Méthode photométrique à la phénanthroline-1,10

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie une méthode photométrique à la phénanthroline-1,10 pour le dosage du fer dans la cryolithe, naturelle et artificielle, ainsi que dans les produits, naturels et synthétiques, à rapport molaire (NaF/AlF₃) compris entre 3 et 1,7 environ.

La méthode est applicable aux produits dont la teneur en fer, exprimé en oxyde de fer(III), est égale ou supérieure à 0,020 % (m/m).

2 RÉFÉRENCE

ISO 1619, *Cryolithe, naturelle et artificielle – Préparation et conservation des échantillons pour essai.*

3 PRINCIPE

Mise en solution d'une prise d'essai soit par fusion alcaline, soit par fusion acide.

Réduction préalable du fer(III) par le chlorure d'hydroxylammonium.

Formation du complexe fer(II)-phénanthroline-1,10 en milieu tamponné (valeur de pH comprise entre 3,5 et 4,2).

Mesurage photométrique du complexe coloré à une longueur d'onde aux environs de 510 nm.

4 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.

4.1 Carbonate de sodium, anhydre.

4.2 Acide borique (H₃BO₃).

4.3 Pyrosulfate de potassium (K₂S₂O₇), finement broyé.

4.4 Acide nitrique, solution 8 N environ.

Diluer 540 ml d'acide nitrique, ρ 1,40 g/ml environ, solution à 68 % (m/m) environ, avec de l'eau et compléter le volume à 1 000 ml.

4.5 Acide chlorhydrique, solution 6 N environ.

Diluer 515 ml d'acide chlorhydrique, ρ 1,19 g/ml environ, solution à 38 % (m/m) environ, avec de l'eau et compléter le volume à 1 000 ml.

4.6 Chlorure d'hydroxylammonium (NH₂OH.HCl), solution à 10 g/l.

4.7 Chlorhydrate de phénanthroline-1,10, monohydraté (C₁₂H₈N₂.HCl.H₂O), solution à 2,5 g/l.

Ce réactif peut être remplacé par une solution de phénanthroline-1,10 monohydratée (C₁₂H₈N₂.H₂O) à 2,5 g/l.

4.8 Solution tampon, de pH 4,9.

Dissoudre 272 g d'acétate de sodium trihydraté (CH₃COONa.3H₂O) dans 500 ml environ d'eau. Ajouter 240 ml d'acide acétique cristallisable, ρ 1,05 g/ml environ ou 17,4 N environ. Compléter le volume à 1 000 ml et homogénéiser.

4.9 Acétate de sodium, trihydraté (CH₃COONa.3H₂O), solution à 500 g/l.

4.10 Acide acétique, solution diluée.

Diluer 500 ml d'acide acétique cristallisable, ρ 1,05 g/ml environ ou 17,4 N environ, avec de l'eau et compléter le volume à 1 000 ml.

4.11 Fer, solution étalon correspondant à 0,200 g d'oxyde de fer(III) par litre.

Préparer cette solution en suivant l'une des deux méthodes suivantes :

4.11.1 Pesar, à 0,001 g près, 0,982 g de sulfate double d'ammonium et de fer(II) hexahydraté [(NH₄)₂Fe(SO₄)₂.6H₂O]. Les introduire dans un bécher de capacité convenable (par exemple 100 ml) et les dissoudre avec de l'eau. Ajouter 20 ml d'une solution d'acide sulfurique, ρ 1,84 g/ml environ, laisser refroidir, transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 0,200 mg de Fe₂O₃.

4.11.2 Peser, à 0,001 g près, 0,200 g d'oxyde de fer(III), préalablement calciné à 600 °C et refroidi en dessiccateur. Les introduire ensuite dans un bécher de capacité convenable (par exemple 100 ml), ajouter 10 ml d'une solution d'acide chlorhydrique, ρ 1,19 g/ml environ, et chauffer doucement jusqu'à dissolution complète. Laisser refroidir, transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 0,200 mg de Fe_2O_3 .

4.12 Fer, solution étalon correspondant à 0,010 g d'oxyde de fer(III) par litre.

Prélever 50,0 ml de la solution étalon (4.11), les introduire dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 0,010 mg de Fe_2O_3 .

Préparer cette solution au moment de l'emploi.

4.13 Papier indicateur de pH, dans la zone de 3,5 à 4,2, à intervalles de 0,2 unité.

5 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Capsule en platine, à fond plat, de diamètre 80 mm environ et de hauteur 35 mm environ, munie d'un couvercle en platine.

5.2 Four électrique, réglable à 550 ± 25 °C, pour fusion alcaline.

5.3 Four électrique, réglable à 750 ± 25 °C, pour fusion alcaline.

5.4 Four électrique, réglable à 700 ± 20 °C, pour fusion acide.

5.5 pH-mètre.

5.6 Spectrophotomètre, ou

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

6 MODE OPÉRATOIRE

6.1 Prise d'essai

Peser, à 0,001 g près, 1 g de l'échantillon pour essai, séché à 110 °C (voir ISO 1619, 3.3).

6.2 Essai à blanc

6.2.1 Fusion alcaline

Dans la capsule en platine (5.1), peser 12 g du carbonate de sodium (4.1) et 4 g de l'acide borique (4.2), et mélanger soigneusement, de préférence avec une spatule en platine.

Couvrir la capsule avec son couvercle et l'introduire dans le four électrique (5.2) réglé à 550 ± 25 °C, en prenant la précaution d'isoler la capsule de la sole du four par un support ne risquant pas d'introduire d'impuretés. Maintenir à 550 ± 25 °C jusqu'à ce que la réaction se calme.

Transférer ensuite la capsule dans le four électrique (5.3) réglé à 750 ± 25 °C, en ayant soin de l'isoler, comme précédemment, de la sole du four. Le séjour de la capsule à cette température doit être de 5 min au maximum.

Retirer la capsule du four et la laisser refroidir à l'air.

Ajouter dans la capsule de l'eau bouillante en chauffant modérément jusqu'à dissolution.

Après léger refroidissement, transvaser le contenu de la capsule dans un bécher de capacité convenable, contenant 20 ml de la solution d'acide nitrique (4.4). Laver soigneusement la capsule et son couvercle avec 18 ml de la solution d'acide nitrique et successivement à l'eau chaude, en recueillant les liquides de lavage dans le bécher; chauffer durant quelques minutes à une température voisine de l'ébullition jusqu'à dissolution complète.

Laisser refroidir légèrement et transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de même capacité que celle employée pour la préparation de la solution d'essai (6.4.1). Après refroidissement, compléter au volume et homogénéiser.

6.2.2 Fusion acide

Dans la capsule en platine (5.1), peser 10 g du pyrosulfate de potassium (4.3).

Couvrir la capsule avec son couvercle et l'introduire dans le four électrique (5.4) réglé à 700 ± 20 °C, en prenant la précaution d'isoler la capsule de la sole du four par un support ne risquant pas d'introduire d'impuretés. Maintenir à 700 ± 20 °C durant 10 min au maximum.

Retirer la capsule du four et la laisser refroidir à l'air.

Ajouter dans la capsule 10 ml d'eau et 10 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.5). Chauffer à une température voisine de l'ébullition jusqu'à dissolution complète, en ayant soin, en même temps, de rincer le couvercle et les parois de la capsule à l'eau chaude, en recueillant les eaux de lavage dans la capsule.

Laisser refroidir légèrement et transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de même capacité que celle employée pour la préparation de la solution d'essai (6.4.1). Après refroidissement, compléter au volume et homogénéiser.

6.3 Établissement de la courbe d'étalonnage

6.3.1 Préparation des solutions témoins, se rapportant à des mesurages photométriques effectués en cuves de 1 cm de parcours optique

Dans une série de huit fioles jaugées de 100 ml, introduire les volumes de la solution étalon de fer (4.12) indiqués dans le tableau suivant :

Solution étalon de fer (4.12)	Masse correspondante de Fe_2O_3
ml	mg
0*	0
1,0	0,010
2,5	0,025
5,0	0,050
10,0	0,100
15,0	0,150
20,0	0,200
25,0	0,250

* Solution de compensation.

Ajouter, dans chaque fiole, la quantité d'eau nécessaire pour atteindre un volume de 50 ml environ, ajouter ensuite 5 ml de la solution de chlorure d'hydroxylammonium (4.6), 5 ml de la solution de phénanthroline-1,10 (4.7) et 25 ml de la solution tampon (4.8). Compléter au volume et homogénéiser.

6.3.2 Mesures photométriques

Après 10 min, effectuer les mesurages photométriques au moyen du spectrophotomètre (5.6) réglé à une longueur d'onde aux environs de 510 nm ou de l'électrophotomètre (5.7) muni de filtres appropriés, après avoir ajusté l'appareil au zéro d'absorbance par rapport à la solution de compensation.

6.3.3 Tracé de la courbe

Tracer un graphique en portant, par exemple, sur l'axe des abscisses, les valeurs, exprimées en milligrammes, des quantités d'oxyde de fer(III) contenues dans 100 ml de solution témoin et, sur l'axe des ordonnées, les valeurs correspondantes des absorbances.

6.4 Dosage

6.4.1 Préparation de la solution d'essai

6.4.1.1 FUSION ALCALINE

Dans la capsule en platine (5.1), peser 12 g du carbonate de sodium (4.1) et 4 g de l'acide borique (4.2), et mélanger soigneusement, de préférence avec une spatule en platine. Ajouter la prise d'essai (6.1) et homogénéiser soigneusement le tout.

Couvrir la capsule avec son couvercle et l'introduire dans le four électrique (5.2) réglé à 550 ± 25 °C, en prenant la précaution d'isoler la capsule de la sole du four par un support ne risquant pas d'introduire d'impuretés. Maintenir à 550 ± 25 °C jusqu'à ce que la réaction se calme. (Temps nécessaire 30 min environ.)

Transférer ensuite la capsule dans le four électrique (5.3) réglé à 750 ± 25 °C, en ayant soin de l'isoler, comme précédemment, de la sole du four. Le séjour de la capsule à cette température doit être de 30 min, et l'opérateur devra s'assurer que la température de 750 ± 25 °C soit maintenue durant un minimum de 20 min.

Retirer la capsule du four et la laisser refroidir à l'air.

Ajouter dans la capsule de l'eau bouillante en chauffant modérément jusqu'à dissolution.

Après léger refroidissement, transvaser le contenu de la capsule dans un bécher de capacité convenable, contenant 20 ml de la solution d'acide nitrique (4.4).

Dissoudre le résidu adhérent encore aux parois de la capsule (résidu essentiellement constitué par de l'oxyde de fer(III)) avec 18 ml de la solution d'acide nitrique et laver soigneusement à l'eau chaude la capsule et son couvercle, en recueillant les liquides de lavage dans le bécher. Chauffer durant quelques minutes à une température voisine de l'ébullition jusqu'à dissolution complète.

Laisser refroidir légèrement et, suivant la teneur en fer à doser, transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 250 ou de 500 ml. Après refroidissement, compléter au volume et homogénéiser.

6.4.1.2 FUSION ACIDE

Dans la capsule en platine (5.1), peser 10 g du pyrosulfate de potassium (4.3). Ajouter la prise d'essai (6.1) et homogénéiser soigneusement le tout, de préférence avec une spatule en platine.

Couvrir la capsule avec son couvercle et l'introduire dans le four électrique (5.4) réglé à 700 ± 20 °C, en prenant la précaution d'isoler la capsule de la sole du four par un support ne risquant pas d'introduire d'impuretés. Maintenir à 700 ± 20 °C durant 30 min.

Retirer la capsule du four et la laisser refroidir à l'air.

Ajouter dans la capsule 10 ml d'eau et 10 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.5). Chauffer à une température voisine de l'ébullition jusqu'à dissolution complète, en ayant soin, en même temps, de rincer le couvercle et les parois de la capsule à l'eau chaude, en recueillant les eaux de lavage dans la capsule.

Laisser refroidir légèrement et, suivant la teneur en fer à doser, transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 250 ou de 500 ml. Après refroidissement, compléter au volume et homogénéiser.

6.4.2 Réaction colorée

6.4.2.1 PRÉLÈVEMENT DES PARTIES ALIQUOTES

Prélever deux parties aliquotes de la solution d'essai (6.4.1) contenant une quantité d'oxyde de fer(III) comprise entre 0,05 et 0,250 mg, et les introduire respectivement dans un bécher de capacité convenable et dans une fiole jaugée de 100 ml.

6.4.2.2 ESSAI PRÉLIMINAIRE DE CONTRÔLE ET DE CORRECTION DU pH

À la partie aliquote de la solution d'essai placée dans le bécher, ajouter la quantité d'eau suffisante pour atteindre un volume de 50 ml environ. Ajouter ensuite 5 ml de la solution de chlorure d'hydroxylammonium (4.6), 5 ml de la solution de phénanthroline-1,10 (4.7) et 25 ml de la solution tampon (4.8).

Contrôler la valeur du pH à l'aide du papier indicateur (4.13) ou du pH-mètre (5.5). Cette valeur doit être comprise entre 3,5 et 4,2; sinon, ajuster le pH en ajoutant, lentement et en agitant après chaque ajout, suivant le cas, soit la quantité nécessaire de la solution d'acétate de sodium (4.9), soit la quantité nécessaire de la solution d'acide acétique (4.10).

Noter le volume du réactif ajouté pour la correction du pH et rejeter la solution.

6.4.2.3 DÉVELOPPEMENT DE LA COLORATION

À l'autre partie aliquote de la solution d'essai placée dans la fiole jaugée de 100 ml, ajouter les mêmes quantités de tous les réactifs que celles utilisées pour l'essai préliminaire (6.4.2.2). Compléter au volume et homogénéiser.

6.4.2.4 MESURES PHOTOMÉTRIQUES

Après 10 min, effectuer les mesurages photométriques de la solution d'essai et de celle de l'essai à blanc, selon les modalités spécifiées en 6.3.2, après avoir ajusté l'appareil au zéro d'absorbance par rapport à l'eau (voir note au chapitre 7).

7 EXPRESSION DES RÉSULTATS

Au moyen de la courbe d'étalonnage (voir 6.3.3), déterminer les quantités de fer correspondant aux valeurs des mesures photométriques (voir 6.4.2.4).

La teneur en fer, exprimée en pourcentage en masse d'oxyde de fer(III), est donnée par la formule

$$(m_1 - m_2) \times \frac{D}{10 \times m_0}$$

où

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai (6.1);

m_1 est la masse, en milligrammes, d'oxyde de fer(III) trouvée dans la partie aliquote de la solution d'essai prélevée pour le dosage;

m_2 est la masse, en milligrammes, d'oxyde de fer(III) trouvée dans la partie aliquote correspondante de la solution de l'essai à blanc;

D est le rapport entre le volume de la solution d'essai et le volume de la partie aliquote prélevée pour le dosage.

NOTE — Généralement, la partie aliquote prélevée de la solution de l'essai à blanc, après avoir été préparée pour le mesurage photométrique, présente une faible coloration. Dans ce cas, il est conseillé de l'utiliser comme solution de compensation.

La formule de calcul devient alors

$$m_1 \times \frac{D}{10 \times m_0}$$

où les symboles ont la même signification que dans la formule précédente.

ISO 1694:1976

8 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

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

- a) référence de la méthode utilisée;
- b) résultats, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;
- c) compte rendu de tous détails particuliers éventuels relevés au cours de l'essai;
- d) compte rendu de toutes opérations non prévues dans la présente Norme Internationale ou dans la Norme Internationale à laquelle il est fait référence, ou de toutes opérations facultatives.

ANNEXE

PUBLICATIONS ISO RELATIVES À LA CRYOLITHE, NATURELLE ET ARTIFICIELLE

- ISO 1619 – Préparation et conservation des échantillons pour essai.
- ISO 1620 – Dosage de la silice – Méthode spectrophotométrique au molybdosilicate réduit.
- ISO 1693 – Dosage du fluor – Méthode de Willard-Winter modifiée.
- ISO 1694 – Dosage du fer – Méthode photométrique à la phénanthroline-1,10.
- ISO 2366 – Dosage du sodium – Méthodes par spectrophotométrie de flamme (émission) et par absorption atomique.
- ISO 2367 – Dosage de l'aluminium – Méthode gravimétrique à l'hydroxy-8 quinoléine.
- ISO 2830 – Dosage de l'aluminium – Méthode par absorption atomique.
- ISO 3391 – Dosage du calcium – Méthode par absorption atomique dans la flamme.
- ISO 3392 – Dosage de l'eau – Méthode électrométrique.
- ISO 3393 – Détermination de l'humidité – Méthode gravimétrique.
- ISO 4277 – Évaluation de la teneur en fluorures libres – Méthode titrimétrique conventionnelle.
- ISO 4280 – Dosage des sulfates – Méthode gravimétrique à l'état de sulfate de baryum.
- ISO . . . – Échantillonnage.

ISO 1694:1976
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/29dc6ea4-f159-4e12-874d-fd0ed49c9224/iso-1694-1976>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1694:1976

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/29dc6ea4-f159-4e12-874d-fd0ed49c9224/iso-1694-1976>