

ISO

ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

RECOMMANDATION ISO R 1707

ACIDE FORMIQUE À USAGE INDUSTRIEL

DOSAGE DU FER

MÉTHODE PHOTOMÉTRIQUE AU 2,2'-BIPYRIDYLE

1^{ère} ÉDITION

Août 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.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO/R 1707:1970

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/25a62065-04a7-43ac-975b-b16e522b7680/iso-r-1707-1970>

HISTORIQUE

La Recommandation ISO/R 1707, *Acide formique 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° 1707 qui fut soumis, en mars 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 de Sud, Rép. d'	Hongrie	R.A.U.
Allemagne	Inde	Roumanie
Australie	Iran	Royaume-Uni
Autriche	Israël	Suède
Belgique	Japon	Suisse
Brésil	Nouvelle-Zélande	Tchécoslovaquie
Canada	Pays-Bas	Turquie
Espagne	Pérou	U.R.S.S.
France	Pologne	Yougoslavie
Grèce	Portugal	

Aucun Comité Membre ne se déclara opposé à l'approbation du Projet.

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

Recommandation ISO

R 1707

Août 1970

ACIDE FORMIQUE À USAGE INDUSTRIEL

DOSAGE DU FER

MÉTHODE PHOTOMÉTRIQUE AU 2,2'-BIPYRIDYLE

INTRODUCTION

La présente Recommandation ISO complète la Recommandation ISO R 731, *Acide formique à usage industriel – Méthodes d'essais*, qui décrit les méthodes d'essais suivantes :

- Dosage de l'acidité totale.
- Dosage des acides autres que l'acide formique.
- Essai de contrôle de la teneur en chlorures minéraux.
- Essai de contrôle de la teneur en sulfates minéraux.

Une prise d'essai d'au moins 200 g est nécessaire pour effectuer les essais décrits dans les deux documents.

1. OBJET

La présente Recommandation ISO décrit une méthode photométrique au 2,2'-bipyridyle pour le dosage du fer dans l'acide formique à usage industriel.

2. ÉCHANTILLON*

Prélever un volume de l'échantillon pour laboratoire, suffisant pour effectuer l'analyse et de telle manière qu'il soit représentatif du lot.

Conserver l'échantillon dans un flacon en verre à bouchon rodé, étanche, propre et sec, d'une contenance telle que le flacon soit presque entièrement rempli par l'échantillon.

S'il est nécessaire de sceller le flacon, prendre soin d'éviter tout risque de contamination de son contenu.

3. PRINCIPE

Conversion, en sulfate, de tout le fer présent par évaporation à sec en présence d'acide sulfurique et réduction du fer trivalent à l'aide de chlorure d'hydroxylammonium.

Formation d'un complexe fer bivalent 2,2'-bipyridyle. Mesure photométrique du complexe coloré à environ 520 nm.

NOTE. – Bien que cette méthode prescrive l'usage d'un spectrophotomètre ou d'un photolorimètre, une méthode visuelle peut être utilisée en alternative (Voir Note au paragraphe 6.4.3).

* L'échantillonnage des produits chimiques fera l'objet d'une Recommandation ISO ultérieure.

4. RÉACTIFS

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

4.1 *Acide sulfurique*, ρ 1,84 (g/ml), solution à 96 % (m/m) environ, dilué 1 + 6 en volume.

4.2 *Acide nitrique*, ρ 1,4 (g/ml), solution à 68 % (m/m) environ, dilué 1 + 3 en volume.

4.3 *Urée*, solution.

Dissoudre 100 g d'urée dans 100 ml d'eau.

4.4 *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.

4.5 *Acétate d'ammonium*, solution à 500 g/l.

Dissoudre 50 g d'acétate d'ammonium ($\text{CH}_3\text{COONH}_4$) dans de l'eau et compléter le volume à 100 ml.

4.6 *2,2'-bipyridyle*, solution chlorhydrique à 5 g/l.

Dissoudre 0,5 g de 2,2'-bipyridyle dans 10 ml de solution d'acide chlorhydrique environ N et compléter le volume à 100 ml.

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

Peser, à 1 mg près, 7,022 g de sulfate de fer (II) et d'ammonium hexahydraté et les introduire dans un bécher de capacité convenable. Ajouter 25 ml de la solution d'acide sulfurique (4.1) et transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 500 ml. Compléter au volume et homogénéiser.

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

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

Prélever 50,0 ml de la solution étalon de fer (4.7), les placer dans une fiole jaugée de 500 ml, ajouter 2,5 ml de la solution d'acide sulfurique (4.1). Compléter au volume et homogénéiser.

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

Préparer au moment de l'emploi.

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

Prélever 50,0 ml de la solution étalon de fer (4.8), les placer dans une fiole jaugée de 1000 ml, compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution contient 10 μg de Fe.

Préparer au moment de l'emploi.

5. APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire et

5.1 *Spectrophotomètre* ou, en alternative

5.2 *Photocolorimètre* ou, en alternative

5.3 *Deux tubes de Nessler* rigoureusement identiques, de 100 ml de capacité.

6. MODE OPÉRATOIRE

6.1 Prise d'essai

Peser 100 g de l'échantillon pour essai dans un récipient en platine d'environ 150 ml.

6.2 Essai à blanc

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

6.3 Etablissement de la courbe d'étalonnage

6.3.1 *Préparation des solutions témoins* pour mesure photométrique avec cuve de 1 cm. Dans une série de sept fioles jaugées de 100 ml, placer les quantités de la solution étalon de fer (4.9) indiquées dans le tableau ci-dessous :

Volume de solution étalon de fer (4.9)	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

* Solution de compensation _____

Ajouter dans chaque fiole : 10 ml de la solution d'acide sulfurique (4.1), 20 ml de la solution d'acide nitrique (4.2), 2 ml de la solution d'urée (4.3), agiter et ajouter 2 ml de la solution de chlorure d'hydroxylammonium (4.4), mélanger et laisser reposer 2 minutes. Ajouter ensuite 30 ml de la solution d'acétate d'ammonium (4.5) et 5 ml de la solution de 2,2'-bipyridyle (4.6). Compléter au volume, mélanger énergiquement et attendre 10 minutes.

6.3.2 *Mesures photométriques.* Effectuer les mesures au spectrophotomètre (5.1) à une longueur d'onde aux environs de 520 nm ou au photocolorimètre (5.2), muni d'un filtre approprié, après avoir ajusté l'appareil au zéro d'absorbance par rapport à la solution de compensation.

6.3.3 *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 contenues dans 100 ml de solution témoin et sur l'axe des ordonnées les valeurs correspondantes de l'absorbance.

6.4 Dosage

6.4.1 *Préparation de la solution d'essai.* Ajouter 10 ml de la solution d'acide sulfurique (4.1) dans le récipient en platine contenant la prise d'essai (6.1). Faire évaporer, une première fois sur un bain d'eau bouillante et enfin sur un bain de sable jusqu'au début du dégagement de fumées blanches. Laisser refroidir, ajouter quelques gouttes de la solution d'acide nitrique (4.2), évaporer à nouveau jusqu'à cessation du dégagement de fumées blanches. Si des résidus goudronneux subsistent, ajouter quelques gouttes de la solution d'acide nitrique (4.2) et faire encore évaporer sur le bain de sable. Reprendre le résidu avec 20 ml de la solution d'acide nitrique (4.2) en chauffant pour faciliter la mise en solution des sels.

Transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 100 ml en rinçant le récipient en platine avec environ 5 ml d'acide nitrique (4.2).