

ISO

ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

RECOMMANDATION ISO R 1982

ACIDE NITRIQUE À USAGE INDUSTRIEL
iteh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
DOSAGE DU FER

MÉTHODE PHOTOMÉTRIQUE AU 2,2'-BIPYRIDYLE
ISO/R 1982-1971
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/24510877-4dc0-4c38-b212-f2ec12eeb359/iso-r-1982-1971>

1^{ère} ÉDITION

Mai 1971

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 1982:1971

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/24510877-4dc0-4c38-b2f2-f2ec12eeb359/iso-r-1982-1971>

HISTORIQUE

La Recommandation ISO/R 1982, *Acide nitrique 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° 1982 qui fut soumis, en mai 1970, 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'	Iran	R.A.U.
Allemagne	Irlande	Roumanie
Australie	Israël	Royaume-Uni
Autriche	Italie	Suisse
Belgique	Nouvelle-Zélande	Tchécoslovaquie
Chili	Pays-Bas	Thaïlande
France	Pérou	Turquie
Grèce	Pologne	U.R.S.S.
Inde	Portugal	U.S.A.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/24510877-4dc0-4c38-b2f2-2cc12cc0359/iso-r-1982-1971>
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.

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO/R 1982:1971

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/24510877-4dc0-4c38-b2f2-f2ec12eeb359/iso-r-1982-1971>

ACIDE NITRIQUE À USAGE INDUSTRIEL

DOSAGE DU FER

MÉTHODE PHOTOMÉTRIQUE AU 2,2'-BIPYRIDYLE

1. OBJET

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

2. DOMAINE D'APPLICATION

La méthode est applicable au dosage des teneurs en fer, exprimées en Fe, supérieures à 0,000 1 % (m/m).

3. PRINCIPE

Evaporation d'une prise d'essai, reprise chlorhydrique et réduction du fer (III) par le chlorure d'hydroxylammonium. Formation du complexe fer (II) 2,2'-bipyridyle en milieu d'acétate d'ammonium.

Mesure photométrique du complexe coloré à une longueur d'onde aux environs de 522 nm.

4. RÉACTIFS

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

4.1 *Acide chlorhydrique*, ρ 1,19 g/ml environ, solution à 38 % (m/m) ou 12 N environ.

4.2 *Acide chlorhydrique*, solution N environ.

4.3 *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.

4.4 *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.

- 4.5 *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 (4.2) et compléter le volume à 100 ml.
- 4.6 *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.
- 4.7 *Fer, solution étalon* contenant 0,200 g/l de Fe.
Prélever 50,0 ml de la solution étalon de fer (4.6), 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.
- 4.8 *Fer, solution étalon* contenant 0,010 g/l de Fe.
Prélever 50,0 ml de la solution étalon de fer (4.7), 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.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

5. APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et

- 5.1 *Pipette à peser*, capacité 60 ml environ, à bouchon rotatif.
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/24510877-4dc0-4c38-b2f2-f2ec12eeb359/iso-r-1982-1971>
ISO/R 1982:1971
- 5.2 *Capsule en platine ou en quartz*, capacité 100 ml environ.
- 5.3 *Spectrophotomètre*, ou
- 5.4 *Electrophotomètre*.

6. MODE OPÉRATOIRE

6.1 **Prise d'essai**

Remplir la pipette à peser (5.1) avec l'échantillon pour essai et prélever, en pesant par différence, à 10 mg près, une prise d'essai de 50 g environ. Placer la prise d'essai dans la capsule (5.2).

6.2 **Essai à blanc**

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

6.3 Etablissement de la courbe d'étalonnage

6.3.1 *Préparation des solutions témoins*, se rapportant à des mesures photométriques effectués en cuve de 1 cm. Dans une série de onze fioles jaugées de 100 ml, introduire les volumes de la solution étalon de fer (4.8) indiqués dans le tableau suivant :

Volume de la solution étalon de fer (4.8)	Masse de fer (Fe) correspondante
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 2 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.2), 2 ml de la solution de chlorure d'hydroxylammonium (4.3) et, après 5 minutes, 5 ml de la solution d'acétate d'ammonium (4.4) et 1 ml de la solution de 2,2'-bipyridyle (4.5). Compléter au volume, agiter et attendre 10 minutes.

6.3.2 *Mesures photométriques*. Effectuer les mesures photométriques en employant le spectrophotomètre (5.3) à une longueur d'onde aux environs de 522 nm ou l'électrophotomètre (5.4) 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 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.

6.4 Dosage

6.4.1 *Préparation de la solution d'essai*. Placer la capsule contenant la prise d'essai (6.1) sur un bain d'eau bouillante et évaporer jusqu'à siccité. Refroidir, reprendre avec 2 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.1) et 5 ml d'eau. Evaporer de nouveau à sec au bain d'eau bouillante. Reprendre avec 2 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.1) et 25 ml d'eau et chauffer pour faciliter la dissolution. Transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 100 ml, compléter au volume, agiter et, si nécessaire, filtrer sur un filtre sec dans un récipient sec.

6.4.2 *Développement de la coloration*. Prélever une partie aliquote de la solution d'essai (6.4.1), 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, 2 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.2), 2 ml de la solution de chlorure d'hydroxylammonium (4.3) et, après 5 minutes, 5 ml de la solution d'acétate d'ammonium (4.4) et 1 ml de la solution de 2,2'-bipyridyle (4.5). Compléter au volume, agiter et attendre 10 minutes.

6.4.3 *Mesures photométriques*. Effectuer les mesures photométriques, selon les modalités décrites dans le paragraphe 6.3.2, après avoir ajusté l'appareil au zéro d'absorbance par rapport à la solution de l'essai à blanc (6.2).

7. EXPRESSION DES RÉSULTATS

Au moyen de la courbe d'étalonnage (voir paragraphe 6.3.3), déterminer la quantité de fer correspondant à la valeur de la mesure photométrique.

La teneur en fer, exprimée en Fe, est donnée en pourcentage en masse, par la formule

$$\frac{m_1 \times 100 \times 100}{V \times m_0}$$

où

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

m_1 est la masse, en grammes, de fer trouvée dans la partie aliquote de la solution d'essai;

V est le volume, en millilitres, de la solution d'essai prélevé pour la réaction colorée.

8. PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

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

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

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/24510877-4dc0-4c38-b2f2-f2ec12eeb359/iso-r-1982-1971>