
NORME INTERNATIONALE 2226

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

Solutions de formaldéhyde à usage industriel — Dosage du fer — Méthode photométrique au 2,2'-bipyridyle

Première édition — 1972-12-01
iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 2226:1972](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/537eaf5f-511d-42ae-8022-f1c0314f1211/iso-2226-1972)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/537eaf5f-511d-42ae-8022-f1c0314f1211/iso-2226-1972>

CDU 661.727.1 : 542.61 : 546.72 : 543.42

Réf. N° : ISO 2226-1972 (F)

Descripteurs : formaldéhyde, analyse chimique, dosage, photométrie, fer.

Prix basé sur 3 pages

AVANT-PROPOS

ISO (Organisation Internationale de Normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (Comités Membres ISO). L'élaboration de 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.

La Norme Internationale ISO 2226 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 47, *Chimie*.

STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Elle fut approuvée en juillet 1971 par les Comités Membres des pays suivants :

[ISO 2226:1972](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/537eaf5f-511d-42ae-8022-f1c03110391/iso-2226-1972)

Afrique du Sud, Rép. d'	Irlande	Suède
Allemagne	Israël	Suisse
Autriche	Italie	Tchécoslovaquie
Belgique	Nouvelle-Zélande	Turquie
Egypte, Rép. arabe d'	Pays-Bas	U.R.S.S.
France	Roumanie	U.S.A.
Hongrie	Royaume-Uni	

Aucun Comité Membre n'a désapprouvé le document.

Solutions de formaldéhyde à usage industriel – Dosage du fer – Méthode photométrique au 2,2'-bipyridyle

AVERTISSEMENT

Le formaldéhyde est toxique. Il est donc nécessaire d'éviter de respirer ses vapeurs pendant les opérations d'échantillonnage et pendant l'exécution des essais.

1 OBJET

La présente Norme Internationale spécifie une méthode photométrique au 2,2'-bipyridyle pour le dosage du fer dans les solutions de formaldéhyde à usage industriel.

2 DOMAINE D'APPLICATION

La méthode, telle qu'elle est décrite, est applicable au dosage des teneurs en fer inférieures à 0,000 4 %.

NOTE – Le domaine d'application peut être élargi au dosage des teneurs en fer supérieures à 0,000 4 % en réduisant d'une manière convenable la masse de la prise d'essai.

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

NOTE – Bien que cette méthode prescrive l'usage d'un spectrophotomètre ou d'un photocolorimètre, une méthode visuelle peut être utilisée en variante (voir Note de 7.4.3).

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

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 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.

4.5 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.

4.6 Fer (II), solution étalon, contenant 2,00 g/l de Fe.

Peser, à 0,001 g près, 7,022 g de sulfate d'ammonium et de fer (II) hexahydraté et les introduire dans un béccher 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 étalon contient 2,00 mg de Fe.

4.7 Fer (II), solution étalon, contenant 0,200 g de Fe par litre.

Prélever 50,0 ml de la solution étalon de fer (4.6), les transférer 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 cette solution au moment de l'emploi.

4.8 Fer (II) solution étalon, contenant 0,010 g de Fe par litre.

Prélever 50,0 ml de la solution étalon de fer (4.7), les transférer dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 0,01 mg de Fe.

Préparer cette solution au moment de l'emploi.

5 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Spectrophotomètre ou, en variante

5.2 Photocolorimètre ou, en variante

5.3 Deux tubes de Nessler rigoureusement identiques.

6 ÉCHANTILLONNAGE

Appliquer les modalités décrites en ISO...¹⁾.

Toutefois, les modalités indiquées ci-après devront être respectées. Introduire l'échantillon de laboratoire, représentatif du produit prélevé sur l'échantillon global, dans un flacon en verre, à bouchon en verre rodé, étanche à l'air, propre et sec, de contenance telle qu'il soit presque entièrement rempli par l'échantillon.

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

Du fait de la polymérisation, le paraformaldéhyde tendra à déposer et ceci se manifestera plus rapidement si la température descend au-dessous de 25 °C. En conséquence, le produit doit être échantillonné aussitôt que possible, après la réception.

7 MODE OPÉRATOIRE

7.1 Prise d'essai

Dans un bécher de 400 ml, peser 50 ± 0,5 g de l'échantillon pour laboratoire.

7.2 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.

7.3 Établissement de la courbe d'étalonnage

7.3.1 Préparation des solutions témoins pour mesurages photométriques avec cuves de 1 cm.

Dans une série de sept béchers de 400 ml, placer les quantités de la solution étalon de fer (4.8) indiquées dans le tableau ci-dessous :

Volume de la solution étalon de fer (4.8)	Masse correspondante de fer (Fe)
ml	mg
0*	0
2,0	0,020
4,0	0,040
7,0	0,070
10,0	0,100
15,0	0,150
20,0	0,200

* Solution de compensation

Ajouter dans chaque bécher, par petites quantités successives, 10 ml de la solution de peroxyde d'hydrogène (4.2) et 10 ml de la solution d'acide sulfurique (4.1), puis chauffer sur bain de sable jusqu'à l'apparition de vapeurs acides.

Laisser refroidir à la température ambiante et transvaser quantitativement les solutions dans des fioles jaugées de 100 ml. Ajouter dans chacune des fioles 2 ml de la solution de chlorure d'hydroxylammonium (4.3). Mélanger et laisser reposer pendant 2 min. Ajouter ensuite 30 ml de la solution d'acétate d'ammonium (4.4) et 5 ml de la solution de 2,2'-bipyridyle (4.5). Compléter au volume, mélanger énergiquement et attendre 10 min.

7.3.2 Mesurages photométriques

Effectuer les mesurages au spectrophotomètre (5.1) à une longueur d'onde aux environs de 522 nm ou au photocolorimètre (5.2) muni de filtres appropriés, après avoir ajusté l'appareil au zéro d'absorbance par rapport à la solution de compensation.

7.3.3 Tracé de la courbe d'étalonnage

Tracer un graphique, en portant, par exemple, sur l'axe des abscisses les valeurs exprimées en milligrammes des quantités de fer contenues dans 100 ml de solution témoins et sur l'axe des ordonnées les valeurs correspondantes de l'absorbance.

7.4 Dosage

7.4.1 Préparation de la solution d'essai

Ajouter dans le bécher contenant la prise d'essai (7.1) 10 ml de la solution d'acide sulfurique (4.1) et faire évaporer le mélange sur bain de sable jusqu'à l'apparition de fumées blanches.

Laisser refroidir à la température ambiante. Ajouter à la solution froide, par petites quantités successives, 10 ml de la solution de peroxyde d'hydrogène (4.2) et chauffer au bain de sable jusqu'à l'apparition de fumées blanches.

Laisser refroidir à la température ambiante, et transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 100 ml.

7.4.2 Développement de la coloration

Ajouter à la solution d'essai (7.4.1) contenue dans la fiole jaugée 2 ml de la solution de chlorure d'hydroxylammonium (4.3), mélanger et laisser reposer pendant 2 min. Ajouter ensuite 30 ml de la solution d'acétate d'ammonium (4.4) et 5 ml de la solution de 2,2'-bipyridyle (4.5), compléter au volume, homogénéiser et laisser reposer pendant 10 min.

1) L'échantillonnage à partir de lots de fournitures fera l'objet d'une Norme Internationale ultérieure.

7.4.3 Mesurage photométrique

Effectuer le mesurage photométrique en suivant le mode opératoire 7.3.2, après avoir réglé l'appareil au zéro d'absorbance par rapport à la solution de l'essai à blanc (7.2).

NOTE — En variante du mesurage de l'absorbance exécuté au moyen du spectrophotomètre ou du photocolorimètre, la solution d'essai préparée suivant le mode opératoire 7.4.1 peut être comparée visuellement dans les tubes de Nessler (5.3) soit par rapport à une série de solutions étalon préparées dans des conditions identiques soit par comparaison avec des disques colorés, et sa teneur en fer déduite (mg Fe/100 ml).

8 EXPRESSION DES RÉSULTATS

Au moyen de la courbe d'étalonnage (voir 7.3.3), 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

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

où

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

m_1 est la masse, en milligrammes, de fer trouvé dans la solution d'essai.

9 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 facultatives.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2226:1972

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/537eaf5f-511d-42ae-8022-f1c0314f1211/iso-2226-1972>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2226:1972

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/537eaf5f-511d-42ae-8022-f1c0314f1211/iso-2226-1972>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2226:1972

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/537eaf5f-511d-42ae-8022-f1c0314f1211/iso-2226-1972>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2226:1972

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/537eaf5f-511d-42ae-8022-f1c0314f1211/iso-2226-1972>