
NORME INTERNATIONALE 2460

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

Bicarbonate de sodium à usage industriel — Dosage du fer — Méthode photométrique à la 1,10-phénanthroline

Première édition — 1973-04-15

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 2460:1973](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ec5b2b53-f278-423c-8151-17db9b466fe3/iso-2460-1973)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ec5b2b53-f278-423c-8151-17db9b466fe3/iso-2460-1973>

CDU 661.833.623 : 546.72 : 543.42

Réf. N° : ISO 2460-1973 (F)

Descripteurs : carbonate de sodium, analyse chimique, dosage, fer, photométrie.

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 2460 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 47, *Chimie*, et soumise aux Comités Membres en septembre 1971.

Elle a été approuvée par les Comités Membres des pays suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'
Allemagne
Autriche
Belgique
Chili
Egypte, Rép. arabe d'
France

Hongrie
Inde
Irlande
Israël
Italie
Nouvelle-Zélande
Pays-Bas

ISO 2460:1973

Pologne

Roumanie

Royaume-Uni

Suisse

Tchécoslovaquie

U.R.S.S.

Aucun Comité Membre n'a désapprouvé le document.

Bicarbonate de sodium à usage industriel – Dosage du fer – Méthode photométrique à la 1,10-phénanthroline

1 OBJET

La présente Norme Internationale spécifie une méthode photométrique à la 1,10-phénanthroline pour le dosage du fer dans le bicarbonate de sodium à usage industriel.

2 DOMAINE D'APPLICATION

La méthode est applicable aux produits dont la teneur en fer est égale ou supérieure à 0,1 mg/kg.

3 PRINCIPE

Réduction préalable du fer trivalent par le chlorure d'hydroxylammonium. Formation du complexe fer bivalent 1,10-phénanthroline en milieu tamponné. 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 de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

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

4.2 Hydroxyde d'ammonium, ρ 0,91 g/ml environ, solution à 25 % de NH_3 (m/m) ou 13 N environ, dont la teneur en fer est au maximum de 0,2 mg/kg.

4.3 Chlorure d'hydroxylammonium, ($\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$), solution à 10 g/l.

4.4 Solution tampon, pH 4,9.

Dissoudre 272 g d'acétate de sodium trihydraté ($\text{CH}_3\text{COONa}\cdot 3\text{H}_2\text{O}$) dans 500 ml d'eau environ. Ajouter à la solution 240 ml d'acide acétique cristallisable (ρ 1,05 g/ml environ, solution à 99 à 100 % (m/m) ou 17,4 N environ) et compléter le volume à 1 000 ml.

4.5 Eau de brome, saturée à la température ambiante.

4.6 Chlorhydrate de 1,10-phénanthroline monohydraté ($\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2\cdot\text{HCl}\cdot\text{H}_2\text{O}$), solution à 2,5 g/l.

Ce produit peut être remplacé par la 1,10-phénanthroline monohydratée ($\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2\cdot\text{H}_2\text{O}$).

4.7 Fer, solution étalon correspondant à 0,200 g de Fe par litre.

Dissoudre 1,404 3 g de sulfate double d'ammonium et de fer (II) hexahydraté [$(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2\cdot 6\text{H}_2\text{O}$], pesés à 0,0001 g près, dans 200 ml d'eau. Ajouter 20 ml d'acide sulfurique ρ 1,84 g/ml environ, refroidir jusqu'à la température ambiante, compléter le volume à 1 000 ml en fiole jaugée et homogénéiser.

4.8 Fer, solution étalon correspondant à 0,010 g de Fe par litre.

Transvaser 25,0 ml de la solution étalon de fer (4.7) dans une fiole jaugée de 500 ml, compléter au volume et homogénéiser.

Préparer cette solution au moment de l'emploi.

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

4.9 Méthylorange, solution à 0,5 g/l.

5 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Spectrophotomètre, ou

5.2 Photocolorimètre, muni de filtres assurant un maximum de transmission entre 500 et 520 nm.

6 MODE OPÉRATOIRE

6.1 Prise d'essai

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

6.2 Essai à blanc

Introduire, dans un bécher de 600 ml, 25 ml d'eau et un volume de la solution d'acide chlorhydrique (4.1) identique à celui utilisé pour neutraliser la prise d'essai (voir 6.4.1). Ajouter 75 ml de la solution d'hydroxyde d'ammonium (4.2), 5 gouttes de la solution de méthylorange (4.9) puis poursuivre la neutralisation au moyen de la solution d'hydroxyde d'ammonium (4.2). Ajouter de la solution d'acide chlorhydrique, (4.1) goutte à goutte, jusqu'à virage au rouge puis encore un excès de 2 ml de cet acide. Introduire 5 ml d'eau de brome (4.5) pour décolorer l'indicateur, faire bouillir pendant 5 min, refroidir à la

température ambiante, transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 250 ml, compléter au volume et homogénéiser. Poursuivre comme il est indiqué au 6.4.2.

6.3 Établissement de la courbe d'étalonnage

6.3.1 Préparation des solutions témoins se rapportant à des mesures photométriques obtenues avec un parcours optique de 5 cm.

Dans une série de 5 fioles jaugées de 100 ml introduire les quantités de la solution étalon de fer (4.8) indiquées dans le tableau suivant :

Solution étalon de fer (4.8)	Masse correspondante de Fe
ml	mg
0*	0
2,5	0,025
5,0	0,050
10,0	0,100
15,0	0,150

* Solution de compensation.

Ajouter dans chaque fiole 0,5 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.1) et la quantité d'eau nécessaire pour atteindre le volume de 50 ml environ. Introduire ensuite 5 ml de la solution de chlorure d'hydroxylammonium (4.3), 5 ml de la solution de chlorhydrate de 1,10-phénanthroline (4.6) et 25 ml de la solution tampon (4.4). Compléter au volume, homogénéiser et attendre 10 min.

6.3.2 Mesures photométriques

Effectuer les mesurages photométriques à l'aide du spectrophotomètre (5.1) à une longueur d'onde aux environs de 510 nm ou à l'aide du photocolorimètre (5.2), 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 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

Introduire la prise d'essai (6.1) dans un bécher de 1 000 ml. Ajouter 120 ml d'eau et neutraliser avec précaution au moyen de la solution d'acide chlorhydrique (4.1) en

présence de 5 gouttes de la solution de méthylorange (4.9). Ajouter un excès de 2 ml de cet acide, puis 5 ml de l'eau de brome (4.5). Faire bouillir pendant 5 min, refroidir jusqu'à la température ambiante, transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 250 ml, compléter au volume et homogénéiser.

6.4.2 Développement de la coloration

Dans une fiole jaugée de 100 ml, introduire 50,0 ml de la solution d'essai (6.4.1). Ajouter 5 ml de la solution de chlorure d'hydroxylammonium (4.3), 5 ml de la solution de chlorhydrate de 1,10-phénanthroline (4.6) et 25 ml de la solution tampon (4.4). Compléter au volume, homogénéiser et attendre 10 min.

6.4.3 Mesure photométrique

Mesurer l'absorbance de la solution (6.4.2) selon les modalités de 6.3.2 après avoir réglé l'appareil au zéro d'absorbance par rapport à l'essai à blanc (6.2).

7 EXPRESSION DES RÉSULTATS

Au moyen de la courbe d'étalonnage (6.3), déterminer la quantité de Fe correspondant à la valeur de l'absorbance mesurée.

La teneur en fer (Fe) est donnée, en milligrammes par kilogramme, par la formule

$$m_1 \times \frac{250}{50} \times \frac{1\ 000}{m_0} = \frac{5\ 000\ m_1}{m_0}$$

où

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

m_1 est la masse, en milligrammes, de Fe trouvée dans la partie aliquote de la solution d'essai.

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 facultatives.