

NORME  
INTERNATIONALE

**ISO**  
**2495**

Deuxième édition  
1995-03-15

---

---

**Pigments de bleu de Prusse —  
Spécifications et méthodes d'essai**

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
*Iron blue pigments — Specifications and methods of test*  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO 2495:1995](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/624c8623-195c-4922-81d1-9fcd94611746/iso-2495-1995)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/624c8623-195c-4922-81d1-9fcd94611746/iso-2495-1995>

NUMÉRIQUE

**ISO**



Numéro de référence  
ISO 2495:1995(F)

## Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 2495 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 35, *Peintures et vernis*, sous-comité SC 2, *Pigments et matières de charge*.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/624c8623-195c-4922-81d1-9944177e3395-iso-2495>

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 2495:1972), dont elle constitue une révision technique.

L'annexe A de la présente Norme internationale est donnée uniquement à titre d'information.

© ISO 1995

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

Organisation internationale de normalisation  
Case Postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse

Imprimé en Suisse

# Pigments de bleu de Prusse — Spécifications et méthodes d'essai

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie les caractéristiques et les méthodes d'essai correspondantes pour les pigments de bleu de Prusse.

## 2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 385-1:1984, *Verrerie de laboratoire — Burettes — Partie 1: Spécifications générales.*

ISO 648:1977, *Verrerie de laboratoire — Pipettes à un trait.*

ISO 787-1:1982, *Méthodes générales d'essai des pigments et matières de charge — Partie 1: Comparaison de la couleur des pigments.*

ISO 787-2:1981, *Méthodes générales d'essai des pigments et matières de charge — Partie 2: Détermination des matières volatiles à 105 °C.*

ISO 787-3:1979, *Méthodes générales d'essai des pigments et des matières de charge — Partie 3: Détermination des matières solubles dans l'eau — Méthode par extraction à chaud.*

ISO 787-4:1981, *Méthodes générales d'essai des pigments et matières de charge — Partie 4: Détermination de l'acidité ou de l'alcalinité de l'extrait aqueux.*

ISO 787-5:1980, *Méthodes générales d'essai des pigments et matières de charge — Partie 5: Détermination de la prise d'huile.*

ISO 787-16:1986, *Méthodes générales d'essai des pigments et matières de charge — Partie 16: Détermination du pouvoir colorant relatif (ou valeur de coloration équivalente) et de la couleur dégradée des pigments colorés — Méthode de comparaison visuelle.*

ISO 842:—<sup>1)</sup>, *Matières premières pour peintures et vernis — Échantillonnage.*

ISO 1042:1983, *Verrerie de laboratoire — Fioles jaugées à un trait.*

ISO 3696:1987, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai.*

ISO 8780-2:1990, *Pigments et matières de charge — Méthodes de dispersion pour évaluer la dispersibilité — Partie 2: Dispersion à l'aide d'une machine à secousses.*

## 3 Définition

Pour les besoins de la présente Norme internationale, la définition suivante s'applique.

**3.1 pigment de bleu de Prusse:** Pigment formé par la réaction de sels de fer avec des ions hexacyanoferrate(II) ou hexacyanoferrate(III), suivie,

1) À publier. (Révision de l'ISO 842:1984)

si nécessaire, d'un traitement à l'aide d'agents oxydants.

## 4 Caractéristiques requises et leurs tolérances

### 4.1 Composition

Le pigment doit renfermer essentiellement du bleu de Prusse comme défini en 3.1. Le pigment, après séchage selon 9.1 et examen selon les articles 7 et 8, doit répondre aux caractéristiques suivantes:

- a) La somme des teneurs en ions fer(II) et fer(III) (teneur de base en fer) et de la teneur en complexe hexacyanoferrate(II) [exprimé en  $\text{Fe}(\text{CN})_6$ ] ne doit pas être inférieure à 70 % (*m/m*).
- b) La teneur totale en fer (exprimé en Fe) ne doit pas être inférieure à 30 % (*m/m*).

Le pigment, examiné selon la technique décrite dans l'article 6, doit être exempt de matière colorante.

NOTE 1 Le pigment peut renfermer des substances ajoutées lors de sa fabrication afin d'améliorer sa qualité ou ses propriétés, ou les deux.

### 4.2 Aspect

Le produit doit se présenter sous la forme d'une poudre sèche et lisse ou dans un état tel qu'il puisse être amené à cet aspect en l'écrasant avec un couteau à palette mais sans le broyer.

### 4.3 Autres caractéristiques

**4.3.1** Pour les bleus de Prusse conformes à la présente Norme internationale, les caractéristiques requises sont données dans le tableau 1 et les caractéristiques à convenir sont énumérées dans le tableau 2. Ces dernières doivent être spécifiées après accord entre les parties intéressées.

**4.3.2** Le pigment de référence agréé auquel il est fait référence dans le tableau 2 doit répondre aux caractéristiques du tableau 1.

## 5 Échantillonnage

Prélever un échantillon représentatif du produit à essayer, selon l'ISO 842.

## 6 Identification

### 6.1 Réactifs

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau d'au moins qualité 3 selon l'ISO 3696.

**AVERTISSEMENT — Utiliser les réactifs conformément aux réglementations d'hygiène et de sécurité en vigueur.**

**6.1.1 Hydroxyde de sodium**, solution à 50 g/l.

**6.1.2 Acide chlorhydrique**, dilué 1 + 1.

Ajouter un volume d'acide chlorhydrique concentré [à environ 37 % (*m/m*),  $\rho \approx 1,19$  g/ml] à un égal volume d'eau.

### 6.2 Appareillage

Matériel courant de laboratoire.

### 6.3 Mode opératoire

Mettre environ 0,1 g de pigment dans un bécher de 50 ml et ajouter 15 ml de la solution d'hydroxyde de sodium (6.1.1). Chauffer jusqu'à ébullition et continuer à chauffer pendant 5 min. Vérifier que la coloration bleue a complètement disparu en examinant le liquide dans le bécher placé devant un fond blanc éclairé. Ne pas tenir compte d'un précipité brun rougeâtre qui pourrait se former, indiquant la présence d'hydroxyde de fer(III).

NOTE 2 La persistance de la coloration bleue dénote la présence d'un autre pigment qui n'est pas du bleu de Prusse comme défini dans l'article 3.

Refroidir le liquide dans le bécher et ajouter lentement l'acide chlorhydrique dilué (6.1.2) jusqu'à ce que le liquide soit franchement acide au papier de tournesol. Examiner si la coloration caractéristique du bleu de Prusse se reforme.

### 6.4 Expression des résultats

Noter si l'échantillon est complètement décoloré par le traitement à l'alcali et si la couleur revient par acidification.

Tableau 1 — Caractéristiques requises

Caractéristique	Unité	Prescription	Méthode d'essai
Perte au feu $w(\text{VM})$	% ( $m/m$ )	$2,0 < w(\text{VM}) < 6,0$	Voir article 9
Matières solubles dans l'eau (extraction à chaud)	% ( $m/m$ )	2 max.	ISO 787-3
Acidité ou alcalinité de l'extrait aqueux	ml de solution à 0,1 mol/l pour 100 g de pigment	20 ml max.	ISO 787-4

Tableau 2 — Caractéristiques à convenir

Caractéristique	Prescription	Méthode d'essai
Couleur	Égale à celle de l'échantillon agréé (voir 4.3.2) avec une tolérance agréée par les parties intéressées	ISO 787-1
Couleur dégradée		ISO 787-16
Pouvoir colorant relatif		
Facilité de dispersion	Ne doit pas être inférieure à celle de l'échantillon agréé (voir 4.3.2)	Voir article 10
Prise d'huile	Ne doit pas dépasser de plus de 10 % de la valeur agréée par les parties intéressées	ISO 787-5

## 7.1 Méthode A

### 7.1.1 Principe

Une prise d'essai est décomposée par une solution aqueuse d'hydroxyde de potassium à froid, afin de former de l'hydroxyde de fer insoluble et de l'hexacyanoferrate(II) de potassium soluble.

L'hydroxyde de fer est dissous dans l'acide chlorhydrique. Le fer(III) est réduit en fer(II) par une solution de chlorure d'étain(II) et le fer(II) est titré avec une solution de dichromate de potassium, en utilisant le diphenylaminesulfonate de baryum comme indicateur.

L'hexacyanoferrate(II) de potassium est oxydé en hexacyanoferrate(III) par une solution de permanganate de potassium. Un volume donné de solution d'iode de potassium est ajouté à la solution et l'iode libéré est titré avec une solution de thiosulfate de sodium.

### 7.1.2 Réactifs

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau d'au moins qualité 3 selon l'ISO 3696.

**AVERTISSEMENT — Utiliser les réactifs conformément aux réglementations d'hygiène et de sécurité en vigueur.**

**7.1.2.1 Acide chlorhydrique**, concentré, à environ 37 % ( $m/m$ ),  $\rho \approx 1,19$  g/ml.

**7.1.2.2 Acide chlorhydrique**, dilué 1 + 1.

Ajouter un volume d'acide chlorhydrique concentré (7.1.2.1) à un égal volume d'eau.

**7.1.2.3 Acides sulfurique et orthophosphorique**, mélange.

Mélanger avec précaution 310 ml d'acide sulfurique [à environ 96 % ( $m/m$ ),  $\rho \approx 1,84$  g/ml] à 250 ml d'acide orthophosphorique concentré ( $\text{H}_3\text{PO}_4$ ) [à en-

## 7 Détermination de la somme des teneurs en ions fer(II) et fer(III) (teneur de base en fer) et de la teneur en complexe hexacyanoferrate(II)

Pour la détermination de la teneur de base en fer et de la teneur en complexe hexacyanoferrate(II) de fer, deux méthodes sont prévues. La méthode A (7.1) doit être utilisée comme méthode de référence en cas de litige.

NOTE 3 Il est recommandé que le mercure soit éliminé des solutions résiduelles avant d'être évacuées à l'égout. Un mode opératoire préconisé est donné dans l'annexe A.

viron 85 % (*m/m*),  $\rho \approx 1,70$  g/ml]. Ajouter lentement le mélange à environ 400 ml d'eau et diluer avec de l'eau jusqu'à 1 litre.

**7.1.2.4 Hydroxyde de potassium**, solution à 10 % (*m/m*).

**7.1.2.5 Iodure de potassium**, solution à 10 % (*m/m*).

**7.1.2.6 Acétate de sodium**, solution.

Dissoudre 500 g d'acétate de sodium cristallisé dans 1 000 ml d'eau.

**7.1.2.7 Chlorure de mercure(II)**, solution saturée (60 g/l à 100 g/l).

**7.1.2.8 Chlorure d'étain(II)**, solution à 100 g/l.

Dissoudre 50 g de chlorure d'étain(II) dihydraté ( $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) dans 300 ml d'acide chlorhydrique (7.1.2.1) et diluer avec de l'eau jusqu'à 500 ml.

Conserver la solution limpide dans une bouteille à col rodé, contenant un peu d'étain métallique.

**7.1.2.9 Thiosulfate de sodium**, solution titrée,  $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1$  mol/l.

**7.1.2.10 Permanganate de potassium**, solution titrée,  $c(1/5 \text{KMnO}_4) = 0,1$  mol/l.

**7.1.2.11 Dichromate de potassium**, solution titrée,  $c(1/6 \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = 0,1$  mol/l.

**7.1.2.12 Sulfate de zinc**, solution.

Dissoudre 25 g de sulfate de zinc heptahydraté ( $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ) dans 100 ml d'eau.

**7.1.2.13 Diphénylaminosulfonate de baryum**, solution d'indicateur.

Préparer une solution aqueuse de diphénylaminosulfonate de baryum à 0,4 % (*m/m*) et filtrer la solution.

**7.1.2.14 Amidon**, dissous dans l'eau chaude pour donner une solution à 10 g/l, ou amidon pulvérisé, soluble dans l'eau froide (par exemple amidon Zulkowsky).

### 7.1.3 Appareillage

Matériel courant de laboratoire et verrerie conforme aux prescriptions de l'ISO 385-1, ainsi que

#### 7.1.3.1 Entonnoir à filtration.

**7.1.3.2 Fiole ou flacon**, à col rodé, de 1 500 ml de capacité.

### 7.1.4 Mode opératoire

#### 7.1.4.1 Opérations préliminaires

Effectuer la détermination en double.

Peser, à 1 mg près, environ 1 g de l'échantillon (article 5) dans un bécher de 100 ml. Ajouter 20 ml de la solution d'hydroxyde de potassium (7.1.2.4). Agiter le mélange avec soin à l'aide d'une baguette de verre à extrémité aplatie et laisser reposer pendant 2 h. Écraser de temps à autre les congglomérats au fond du bécher à l'aide de la baguette de verre. Lorsque tout le bleu de Prusse est décomposé, filtrer la solution dans l'entonnoir à filtration (7.1.3.1) garni d'un papier filtre pour filtration moyenne et laver à l'eau le bécher, la baguette et le résidu plusieurs fois jusqu'à ce que les eaux de lavage soient incolores et neutres. Ajouter les eaux de lavage au filtrat.

Utiliser le résidu ainsi obtenu pour la détermination de la somme des teneurs en ions fer(II) et fer(III) (teneur de base en fer) (7.1.4.2) et le filtrat pour la détermination de la teneur en complexe hexacyanoferrate(II) de fer (7.1.4.3).

#### 7.1.4.2 Détermination de la somme des teneurs en ions fer(II) et fer(III) (teneur de base en fer)

Extraire le résidu sur le papier filtre à l'aide de l'acide chlorhydrique dilué 1 + 1 (7.1.2.2) chaud, en recueillant l'extrait dans une fiole conique et en faisant en sorte d'obtenir le plus petit volume possible.

NOTE 4 La coloration bleue de l'extrait acide est le signe que le résidu n'a pas été correctement lavé. L'essai doit alors être répété en prenant de nouveau 1 g d'échantillon.

Chauffer la solution jusqu'à ébullition et ajouter la solution de chlorure d'étain(II) (7.1.2.8) goutte à goutte jusqu'à ce que la solution soit juste décolorée, puis ajouter deux gouttes en excès. Garder la solution au chaud pendant l'addition du chlorure d'étain(II). Refroidir rapidement la solution jusqu'à la température ambiante, ajouter 5 ml de la solution de chlorure de mercure(II) (7.1.2.7), mélanger avec soin et laver à l'eau froide les parois de la fiole conique. Laisser la solution reposer pendant 1 min et ajouter 40 ml du mélange d'acides sulfurique et orthophosphorique (7.1.2.3). Diluer avec de l'eau de 100 ml à 200 ml selon la quantité de fer présente. Ajouter 0,2 ml à 0,4 ml de la solution d'indicateur (7.1.2.13) et titrer avec la solution de dichromate de potassium

(7.1.2.11) jusqu'à ce que la solution devienne plus sombre. Compléter le titrage en ajoutant de la solution de dichromate de potassium goutte à goutte jusqu'à obtention d'une coloration violette permanente. Soustraire 0,01 ml de la valeur obtenue pour chaque 0,1 ml de solution d'indicateur utilisé.

#### 7.1.4.3 Détermination de la teneur en complexe hexacyanoferrate(II)

Transférer le filtrat obtenu selon 7.1.4.1 dans un flacon ou une fiole à col rodé (7.1.3.2), diluer à 800 ml avec de l'eau et ajouter 30 ml d'acide chlorhydrique concentré (7.1.2.1) et 90 ml de la solution d'acétate de sodium (7.1.2.6). Ajouter de la solution de permanganate de potassium (7.1.2.10) en excès, c'est-à-dire jusqu'à obtention d'une couleur caractéristique brun rougeâtre et que la turbidité du début disparaisse. Ajouter ensuite 20 ml de la solution d'iodure de potassium (7.1.2.5) et laisser reposer le mélange pendant 4 min. Titrer l'iode libéré par l'excès de permanganate à l'aide de la solution de thiosulfate de sodium (7.1.2.9).

Ajouter à la solution 20 ml d'acide chlorhydrique concentré (7.1.2.1), 20 ml de la solution d'iodure de potassium (7.1.2.5) et 20 ml de la solution de sulfate de zinc (7.1.2.12) et laisser reposer la solution opaque pendant 3 min. Ajouter soit 50 mg d'amidon soluble dans l'eau froide, soit 3 ou 4 gouttes de la solution d'amidon (7.1.2.14) et titrer l'iode libéré avec la solution de thiosulfate de sodium (7.1.2.9). Noter le volume de solution de thiosulfate de sodium utilisé ( $V_2$ ).

### 7.1.5 Expression des résultats

#### 7.1.5.1 Somme des teneurs en ions fer(II) et fer(III) (teneur de base en fer)

##### 7.1.5.1.1 Calcul

Calculer la somme des teneurs en ions fer(II) et fer(III) (teneur de base en fer)  $w(\text{Fe})$ , exprimée en pourcentage en masse, du pigment à l'aide de l'équation

$$w(\text{Fe}) = \frac{V_1 \times 0,5585 \times 10^{-2}}{m_1} \times 100$$

où

$m_1$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai;

$V_1$  est le volume, en millilitres, de la solution de dichromate de potassium (7.1.2.11) utilisé au cours de la détermination;

$0,5585 \times 10^{-2}$  est le facteur de conversion des millilitres de la solution de dichromate de potassium en grammes de Fe.

Calculer la moyenne des deux résultats et donner le résultat final à 0,1 % ( $m/m$ ) près.

##### 7.1.5.1.2 Fidélité

Aucune donnée de fidélité n'est disponible actuellement.

#### 7.1.5.2 Teneur en complexe hexacyanoferrate(II)

##### 7.1.5.2.1 Calcul

Calculer la teneur en complexe hexacyanoferrate(II)  $w[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ , exprimée en pourcentage en masse, du pigment à l'aide de l'équation

$$w[\text{Fe}(\text{CN})_6] = \frac{V_2 \times 2,119 \times 10^{-2}}{m_1} \times 100$$

où

$m_1$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai;

$V_2$  est le volume, en millilitres, de la solution de thiosulfate de sodium (7.1.2.9) utilisé au cours du second titrage (voir note 5);

$2,119 \times 10^{-2}$  est le facteur de conversion des millilitres de la solution de thiosulfate de sodium en grammes de  $[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ .

NOTE 5 On utilise pour le calcul le volume de la solution de thiosulfate de sodium nécessaire au second titrage. Si on utilise le volume nécessaire au premier titrage (c'est-à-dire la différence entre les valeurs obtenues pour le permanganate et le thiosulfate), le résultat calculé peut être supérieur à la valeur vraie; cela est dû à la présence de traces de matières organiques dont l'oxydation par le permanganate augmente la teneur apparente en complexe hexacyanoferrate(II).

Tout excès de thiosulfate lors du premier titrage entraînera une erreur de sens opposé lors du second titrage.

Calculer la moyenne des deux résultats et donner le résultat final à 0,1 % ( $m/m$ ) près.

##### 7.1.5.2.2 Fidélité

Aucune donnée de fidélité n'est disponible actuellement.

## 7.2 Méthode B

### 7.2.1 Détermination de la somme des teneurs en ions fer(II) et fer(III) (teneur de base en fer)

#### 7.2.1.1 Principe

Une prise d'essai est décomposée par une solution aqueuse d'hydroxyde de sodium, afin de former de l'hydroxyde de fer insoluble.

L'hydroxyde de fer est dissous dans l'acide chlorhydrique. Le fer(III) est réduit en fer(II) par une solution de chlorure d'étain(II) et le fer(II) est titré avec une solution de permanganate de potassium.

#### 7.2.1.2 Réactifs

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau d'au moins qualité 3 selon l'ISO 3696.

**AVERTISSEMENT — Utiliser les réactifs conformément aux réglementations d'hygiène et de sécurité en vigueur.**

**7.2.1.2.1 Hydroxyde de sodium**, solution,  $c(\text{NaOH}) \approx 2 \text{ mol/l}$ .

**7.2.1.2.2 Acide chlorhydrique**, à environ 25 % (m/m),  $\rho \approx 1,125 \text{ g/ml}$ .

**7.2.1.2.3 Chlorure d'étain(II)**, solution à 100 g/l.

Dissoudre 50 g de chlorure d'étain(II) dihydraté ( $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) dans 300 ml d'acide chlorhydrique concentré [à environ 37 % (m/m),  $\rho \approx 1,19 \text{ g/ml}$ ] et diluer avec de l'eau jusqu'à 500 ml.

Conserver la solution limpide dans une bouteille à col rodé, contenant un peu d'étain métallique.

**7.2.1.2.4 Chlorure de mercure(II)**, solution saturée (60 g/l à 100 g/l).

**7.2.1.2.5 Sulfate de manganèse/acides sulfurique et orthophosphorique**, mélange.

Dissoudre 45 g de sulfate de manganèse monohydraté ( $\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ) dans de l'eau. Ajouter à cette solution 138 ml d'acide orthophosphorique [à environ 85 % (m/m),  $\rho \approx 1,70 \text{ g/ml}$ ] et 130 ml d'acide sulfurique [à environ 96 % (m/m),  $\rho \approx 1,84 \text{ g/ml}$ ] et diluer avec de l'eau jusqu'à 1 litre.

**7.2.1.2.6 Permanganate de potassium**, solution titrée,  $c(1/5 \text{ KMnO}_4) = 0,1 \text{ mol/l}$ .

#### 7.2.1.3 Appareillage

Matériel courant de laboratoire et verrerie conforme aux prescriptions de l'ISO 385-1.

#### 7.2.1.4 Mode opératoire

Effectuer la détermination en double.

Peser, à 1 mg près, environ 1 g de l'échantillon (article 5) dans un bécher de 100 ml. Ajouter 10 ml de la solution d'hydroxyde de sodium (7.2.1.2.1) et porter à ébullition. Laisser bouillir quelques minutes.

Filtrer sur un papier filtre à texture large et laver le résidu sur le filtre avec de l'eau chaude jusqu'à ce qu'il n'y ait plus de trace d'alcali. Jeter le filtrat et les eaux de lavage.

Dissoudre le résidu sur le filtre dans de l'acide chlorhydrique (7.2.1.2.2). Chauffer la solution jusqu'à ébullition et ajouter la solution de chlorure d'étain(II) (7.2.1.2.3) goutte à goutte jusqu'à ce que la solution soit juste décolorée. Diluer avec de l'eau et, au bout d'environ 2 min, ajouter 15 ml de la solution de chlorure de mercure(II) (7.2.1.2.4).

Le précipité formé doit être blanc. S'il est gris ou noir, cela est dû à la réduction du chlorure de mercure(II) en mercure métallique par excès de chlorure d'étain(II); recommencer alors la détermination en utilisant un plus petit volume de la solution de chlorure d'étain(II).

Diluer à environ 600 ml avec de l'eau et ajouter 15 ml du mélange sulfate de manganèse/acides sulfurique et orthophosphorique (7.2.1.2.5). Titrer avec la solution de permanganate de potassium (7.2.1.2.6) jusqu'à apparition d'une coloration rose persistante. Noter le volume de solution de permanganate de potassium utilisé ( $V_3$ ).

#### 7.2.1.5 Expression des résultats

##### 7.2.1.5.1 Calcul

Calculer la somme des teneurs en ions fer(II) et fer(III) (teneur de base en fer)  $w(\text{Fe})$ , exprimée en pourcentage en masse, du pigment à l'aide de l'équation

$$w(\text{Fe}) = \frac{V_3 \times 0,5585 \times 10^{-2}}{m_2} \times 100$$

où

$m_2$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai;

$V_3$  est le volume, en millilitres, de la solution de permanganate de potassium (7.2.1.2.6) utilisé au cours de la détermination;

$0,5585 \times 10^{-2}$  est le facteur de conversion des millilitres de la solution de permanganate de potassium en grammes de Fe.

Calculer la moyenne des deux résultats et donner le résultat final à 0,1 % (*m/m*) près.

#### 7.2.1.5.2 Fidélité

Aucune donnée de fidélité n'est disponible actuellement.

### 7.2.2 Détermination de la teneur en complexe hexacyanoferrate(II)

**AVERTISSEMENT** — La méthode prescrite ci-après doit être utilisée par des chimistes qualifiés ou du personnel bien entraîné ou encadré. Les produits et les techniques utilisés peuvent être dangereux pour la santé si les précautions d'usage ne sont pas prises. L'attention est attirée sur les dangers présentés par l'acide cyanhydrique et ses sels.

#### 7.2.2.1 Principe

Une prise d'essai est décomposée par une solution aqueuse d'hydroxyde de sodium, afin de former de l'hydroxyde de fer insoluble et de l'hexacyanoferrate(II) de sodium soluble.

L'hexacyanoferrate(II) de sodium est transformé successivement en cyanure de mercure(II), en acide cyanhydrique et en cyanure de sodium. Le cyanure de sodium est titré avec une solution de nitrate d'argent, en utilisant l'iodure de potassium comme indicateur.

#### 7.2.2.2 Réactifs

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau d'au moins qualité 3 selon l'ISO 3696.

**AVERTISSEMENT** — Utiliser les réactifs conformément aux réglementations d'hygiène et de sécurité en vigueur.

**7.2.2.2.1 Hydroxyde de sodium**, solution,  $c(\text{NaOH}) \approx 2 \text{ mol/l}$ .

**7.2.2.2.2 Hydroxyde de sodium**, solution,  $c(\text{NaOH}) \approx 8 \text{ mol/l}$ .

**7.2.2.2.3 Chlorure de magnésium**, solution,  $c(\text{MgCl}_2) \approx 1,5 \text{ mol/l}$ .

**7.2.2.2.4 Chlorure de mercure(II)**, solution,  $c(\text{HgCl}_2) \approx 0,05 \text{ mol/l}$ .

**7.2.2.2.5 Acide sulfurique**, solution,  $c(\text{H}_2\text{SO}_4) \approx 2 \text{ mol/l}$ .

**7.2.2.2.6 Iodure de potassium**, solution,  $c(\text{KI}) \approx 0,25 \text{ mol/l}$ .

**7.2.2.2.7 Nitrate d'argent**, solution titrée,  $c(\text{AgNO}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$ .

#### 7.2.2.3 Appareillage

Matériel courant de laboratoire et verrerie conforme aux prescriptions de l'ISO 385-1 ou de l'ISO 1042 selon le cas, ainsi que

**7.2.2.3.1 Ballon à distiller**, à col rodé, de 500 ml de capacité.

**7.2.2.3.2 Appareillage de distillation**, à joints en verre rodés, comprenant une colonne à distiller avec une ampoule à introduire, un réfrigérant d'Allihn et une fiole pour recueillir le distillat (fiole de Volhard ou équivalent).

#### 7.2.2.4 Mode opératoire

Effectuer la détermination en double.

Peser, à 1 mg près, environ 1 g de l'échantillon (article 5) dans un bécher de 100 ml. Ajouter 10 ml de la solution d'hydroxyde de sodium (7.2.2.2.1) et porter à ébullition. Laisser bouillir quelques minutes.

Filter sur un papier filtre à texture large et laver le résidu sur le filtre avec de l'eau chaude jusqu'à ce qu'il n'y ait plus de trace d'alcali. Recueillir le filtrat et les eaux de lavage dans une fiole jaugée à un trait de 250 ml et compléter avec de l'eau jusqu'au trait repère.

À l'aide d'une pipette, introduire 25 ml de la solution ainsi obtenue dans le ballon à distiller (7.2.2.3.1) et ajouter 15 ml de la solution d'hydroxyde de sodium (7.2.2.2.2), 100 ml d'eau chaude et 30 ml de la solution de chlorure de magnésium (7.2.2.2.3).

Porter à ébullition la solution (qui contient à présent l'hydroxyde de magnésium précipité) pendant 5 min et ajouter 100 ml de la solution de chlorure de mercure(II) (7.2.2.2.4). Laisser bouillir pendant 5 min à 10 min. L'hexacyanoferrate(II) de sodium s'est alors transformé en cyanure de mercure(II).