
NORME INTERNATIONALE 2886

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

Acétaldéhyde à usage industriel — Dosage du fer — Méthode photométrique au 2,2'-bipyridyle

Première édition — 1973-12-15
iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 2886:1973](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6fb1d25b-8900-4580-974e-69146dfd46d3/iso-2886-1973)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6fb1d25b-8900-4580-974e-69146dfd46d3/iso-2886-1973>

CDU 661.727.2 : 546.72

Réf. N° : ISO 2886-1973 (F)

Descripteurs : acétaldéhyde, 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 2886 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 47, *Chimie*, et soumise aux Comités Membres en juillet 1972.

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

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

Afrique du Sud, Rép. d'
Autriche
Allemagne
Belgique
Égypte, Rép. arabe d'
France
Hongrie
Inde

Irlande
Israël
Italie
Mexique
Nouvelle-Zélande
Pays-Bas
Portugal
Roumanie

ISO 2886:1973

Royaume-Uni

Suède

Suisse

Tchécoslovaquie

Thaïlande

Turquie

U.R.S.S.

Cette Norme Internationale a également été approuvée par l'Union Internationale de Chimie pure et Appliquée (UICPA).

Aucun Comité Membre n'a désapprouvé le document.

Acétaldéhyde à usage industriel – Dosage du fer – Méthode photométrique au 2,2'-bipyridyle

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

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

2 PRINCIPE

Évaporation à sec d'une prise d'essai et dissolution chlorhydrique du résidu. 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 spécifie l'emploi d'un spectrophotomètre ou d'un électrophotomètre, il est permis d'utiliser une méthode visuelle en comparant la solution d'essai à une série de solutions étalons (voir Note en 6.4.3).

3 RÉACTIFS

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

3.1 Acide chlorhydrique, ρ 1,19 g/ml environ, solution à 38 % (m/m) environ.

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

3.3 Chlorure d'hydroxylammonium, solution à 100 g/l.

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

3.5 2,2'-bipyridyle, solution chlorhydrique à 5 g/l.

Dissoudre 0,5 g de 2,2'-bipyridyle dans 100 ml d'une solution M d'acide chlorhydrique.

3.6 Fer, solution étalon, correspondant à 0,01 g de Fe par litre.

Dissoudre 0,702 g de sulfate de fer(II) et d'ammonium hexahydraté $[(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{FeSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ dans 25 ml de la solution d'acide sulfurique (3.2), compléter le volume à 1 000 ml dans une fiole jaugée et homogénéiser.

1) En préparation.

2) 1 bar = 100 kPa.

Prélever 100,0 ml de la solution ainsi obtenue et les introduire dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 10 μg de Fe.

4 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et

4.1 Capsule en platine, capacité 150 ml environ.

4.2 Étuve électrique, réglable à 110 ± 2 °C.

4.3 Spectrophotomètre ou, en variante,

4.4 Photocolorimètre.

4.5 Agitateur, en fil de platine.

5 ÉCHANTILLONNAGE

AVERTISSEMENT : L'acétaldéhyde émet des vapeurs irritantes et est très inflammable.

Suivre les principes indiqués en ISO . . . , *Produits chimiques à usage industriel – Échantillonnage*.¹⁾

L'acétaldéhyde liquide (point d'ébullition 20,2 °C) exerce une pression de vapeur d'environ 1,5 bar²⁾ à 30 °C, et les échantillons pour laboratoire doivent être prélevés avec précaution dans des fioles en acier inoxydable purgées à l'azote, propres, munies d'un bouchon vissé, et conçues pour résister à la pression interne produite par les températures de stockage prévisibles. Les échantillons pour essai ne doivent être retirés des récipients qu'à une température inférieure à 20 °C, à moins qu'un équipement conçu pour le transfert des liquides sous pression ne soit employé et que le récipient ne soit muni d'une vanne de raccordement à l'appareil récepteur.

6 MODE OPÉRATOIRE

6.1 Prise d'essai

Peser, à 1 g près, 100 ml environ de l'échantillon pour laboratoire dans la capsule (4.1), propre, préalablement séchée à l'étuve (4.2) réglée à 110 ± 2 °C, refroidie en dessiccateur et pesée à 0,1 g près.

6.2 Essai à blanc

En même temps que le dosage, effectuer un essai à blanc en utilisant le même procédé et les mêmes quantités des réactifs que celles employées lors du dosage.

6.3 Établissement de la courbe d'étalonnage

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

Dans une série de sept fioles jaugées de 100 ml, introduire les volumes de la solution étalon de fer (3.6) indiquées dans le tableau suivant :

Solution étalon de fer (3.6)	Masse correspondante de fer (Fe)
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, 2 ml de la solution de chlorure d'hydroxylammonium (3.3.) Mélanger et laisser reposer durant 2 min. Ajouter ensuite 30 ml de la solution d'acétate d'ammonium (3.4) et 5 ml de la solution de 2,2'-bipyridyle (3.5), compléter au volume, homogénéiser et attendre 10 min.

6.3.2 Mesurages photométriques

Mesurer l'absorbance des solutions témoins (6.3.1) à l'aide du spectrophotomètre (4.3), à une longueur d'onde aux environs de 522 nm, ou à l'aide du photocalorimètre (4.4) 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 la courbe des absorbances par rapport aux quantités de fer, exprimées en microgrammes, dans 100 ml de solution témoin.

6.4 Dosage

6.4.1 Préparation de la solution d'essai

Faire évaporer doucement la prise d'essai (6.1) jusqu'à siccité, sous une hotte, et sécher ensuite le résidu à l'étuve (4.2) réglée à 110 ± 2 °C. Laisser refroidir et ajouter 5 ml

de la solution d'acide chlorhydrique (3.1). Chauffer sur un bain d'eau bouillante, en agitant le contenu de la capsule avec l'agitateur en fil de platine (4.5) jusqu'à ce que tout le résidu soit dissous. Laisser refroidir et transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 100 ml.

6.4.2 Développement de la coloration

Ajouter dans la fiole 2 ml de la solution de chlorure d'hydroxylammonium (3.3), mélanger et laisser reposer durant 2 min. Ajouter ensuite 30 ml de la solution d'acétate d'ammonium (3.4), 5 ml de la solution de 2,2'-bipyridyle (3.5), compléter au volume, homogénéiser et attendre 10 min.

6.4.3 Mesurages photométriques

Mesurer l'absorbance de la solution d'essai et celle de la solution de l'essai à blanc à l'aide du spectrophotomètre (4.3) ou du photocalorimètre (4.4), suivant le mode opératoire indiqué en 6.3.2, après avoir ajusté l'appareil au zéro d'absorbance par rapport à l'eau.

NOTE – En variante du mesurage de l'absorbance à l'aide d'un spectrophotomètre ou d'un photocalorimètre, la coloration de la solution préparée comme indiqué en 6.4.2, peut être comparée de façon visuelle aux solutions témoins (6.3.1).

7 EXPRESSION DES RÉSULTATS

Au moyen de la courbe d'étalonnage (voir 6.3.3) déterminer les masses de fer correspondant à l'absorbance de la solution d'essai et à celle de l'essai à blanc.

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

$$\frac{m_1 - m_2}{m_0}$$

où

- m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai;
- m_1 est la masse, en microgrammes, de fer trouvé dans la solution d'essai;
- m_2 est la masse, en microgrammes, de fer trouvé dans la solution de l'essai à blanc.

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.

ANNEXE

Ce document fait partie d'une série de Normes Internationales concernant les méthodes d'essais de l'acétaldéhyde à usage industriel. La liste des méthodes déjà établies, ou en cours de préparation, est la suivante :

ISO 2513 – Détermination de la masse volumique à 15 °C.

ISO 2514 – Dosage de l'eau – Méthode de Karl Fischer.

ISO 2885 – Dosage des composés carbonylés totaux – Méthode volumétrique.

ISO 2886 – Dosage du fer – Méthode photométrique au 2,2'-bipyridyle.

ISO ... – Dosage des chlorures.¹⁾

ISO ... – Détermination de l'acidité à la phénolphtaléine.¹⁾

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 2886:1973](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6fb1d25b-8900-4580-974e-69146dfd46d3/iso-2886-1973>

1) En préparation.

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2886:1973

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6fb1d25b-8900-4580-974e-69146dfd46d3/iso-2886-1973>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2886:1973

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6fb1d25b-8900-4580-974e-69146dfd46d3/iso-2886-1973>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2886:1973

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6fb1d25b-8900-4580-974e-69146dfd46d3/iso-2886-1973>