NORME INTERNATIONALE ISO 2992

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

Sulfate d'ammonium à usage industriel — Dosage du fer — Méthode photométrique au 2,2'-bipyridyle

Ammonium sulphate for industrial use — Determination of iron content — 2,2'-bipyridyl photometric method

Première édition — 1974-04-01

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 2992:1974
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/997e46cc-6bff-4f3b-8f87-039fe805a817/iso-2992-1974

CDU 661.522 : 546.72 : 543.42

Réf. N° : ISO 2992-1974 (F)

Descripteurs : composé de l'ammonium, sulfate d'ammonium, analyse chimique, dosage, fer, méthode photométrique.

Prix basé sur 3 pages

ISO 2992-1974 (F)

AVANT-PROPOS

L'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 2992 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 47, *Chimie*, et soumise aux Comités Membres en novembre 1972.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

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

ISO 2992:1974
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/997e46cc-6bff-4f3b-8f87-039fe80[illegible]/iso-2992-1974

Afrique du Sud, Rép. d'	France	Roumanie
Allemagne	Hongrie	Royaume-Uni
Australie	Inde	Suède
Autriche	Israël	Suisse
Belgique	Italie	Tchécoslovaquie
Bulgarie	Nouvelle-Zélande	Thaïlande
Egypte, Rép. arabe d'	Pays-Bas	Turquie
Espagne	Pologne	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.

© **Organisation Internationale de Normalisation, 1974** •

Imprimé en Suisse

Sulfate d'ammonium 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 le sulfate d'ammonium à usage industriel. La méthode est applicable aux produits dont la teneur en fer (Fe) est supérieure ou égale à 0,000 1 % (*m/m*).

2 PRINCIPE

Réduction du fer trivalent par le chlorure d'hydroxylammonium. Formation du complexe fer bivalent-2,2'-bipyridyle en milieu tamponné (valeur de pH comprise entre 4,5 et 6).

Mesurage photométrique du complexe coloré aux environs de 522 nm.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 2992:1974
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/997e46cc-6bff-4f3b-8f87-039fe805a817/iso-2992-1974

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, solution N environ.

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

Dissoudre 10 g de chlorure d'hydroxylammonium ($NH_2OH.HCl$) dans de l'eau, compléter le volume à 100 ml et homogénéiser.

3.3 Acétate d'ammonium, solution à 300 g/l.

Dissoudre 30 g d'acétate d'ammonium (CH_3COONH_4) dans de l'eau, compléter le volume à 100 ml et homogénéiser.

3.4 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 (3.1), compléter le volume à 100 ml et homogénéiser.

3.5 Fer, solution étalon correspondant à 2 g de Fe par litre.

Peser, à 0,001 g près, 7,030 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 mg de Fe.

3.6 Fer, solution étalon correspondant à 0,2 g de Fe par litre.

Introduire 50,0 ml de la solution étalon de fer (3.5) 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 0,2 mg de Fe.

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

Introduire 50,0 ml de la solution étalon de fer (3.6) dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser.

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

Préparer cette solution au moment de l'emploi.

4 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et

4.1 Spectrophotomètre, ou

4.2 Électrophotomètre, muni de filtres appropriés.

5 MODE OPÉRATOIRE

5.1 Prise d'essai

Peser, à 0,1 g près, environ 10 g de l'échantillon pour essai.

5.2 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 le dosage.

5.3 Établissement de la courbe d'étalonnage

5.3.1 *Préparation des solutions témoins,* rapportées à des mesurages photométriques effectués avec un parcours optique de 1 cm.

Dans une série de onze fioles jaugées de 100 ml, introduire les volumes de la solution étalon de fer (3.7) indiqués dans le tableau suivant :

Solution étalon de fer (3.7)	Masse correspondante de fer (Fe)
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 la quantité d'eau nécessaire pour atteindre 50 ml environ, puis, en homogénéisant après chaque addition, 2 ml de la solution d'acide chlorhydrique (3.1), 2 ml de la solution de chlorure d'hydroxylammonium (3.2) et, après 5 min, 5 ml de la solution d'acétate d'ammonium (3.3) et 1 ml de la solution de 2,2'-bipyridyle (3.4). Compléter au volume, homogénéiser et attendre 10 min.

5.3.2 *Mesures photométriques*

Effectuer les mesurages photométriques à l'aide du spectrophotomètre (4.1) à une longueur d'onde aux environs de 522 nm, ou à l'aide de l'électrophotomètre (4.2) muni de filtres appropriés, après avoir ajusté l'appareil au zéro d'absorbance par rapport à la solution de compensation.

5.3.3 *Tracé de la courbe*

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.

5.4 Dosage

5.4.1 *Préparation de la solution d'essai*

Ajouter à la prise d'essai (5.1) 2 ml de la solution d'acide chlorhydrique (3.1), compléter au volume dans une fiole jaugée de 50 ml et homogénéiser.

5.4.2 *Développement de la coloration*

Selon la teneur en fer à doser, prélever une partie aliquote de la solution d'essai (5.4.1), contenant de 50 à 500 µg de Fe et l'introduire dans une fiole jaugée de 100 ml. Si nécessaire, diluer à 50 ml environ et ajouter ensuite, successivement, en homogénéisant après chaque addition, 2 ml de la solution d'acide chlorhydrique (3.1), 2 ml de la solution de chlorure d'hydroxylammonium (3.2) et, après 5 min, 5 ml de la solution d'acétate d'ammonium (3.3) et 1 ml de la solution de 2,2'-bipyridyle (3.4). Compléter au volume, homogénéiser et attendre 10 min.

5.4.3 *Mesures photométriques*

Effectuer les mesurages photométriques de la solution (5.4.2) et de celle de l'essai à blanc selon les modalités décrites en 5.3.2, après avoir ajusté l'appareil au zéro d'absorbance par rapport à l'eau.

6 EXPRESSION DES RÉSULTATS

Au moyen de la courbe d'étalonnage (voir 5.3.3), déterminer la quantité de fer correspondant à la valeur des mesures photométriques.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 2992:1974
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/997e46cc-6bff-4f5b-8f87-039f-805a817/iso-2992-1974

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

$$\frac{(m_1 - m_2) \times D}{m_0 \times 10\,000}$$

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 partie aliquote de la solution d'essai prélevée pour le développement de la coloration;

m_2 est la masse, en microgrammes, de fer trouvé dans une partie aliquote correspondante de la solution de l'essai à blanc;

D est le rapport entre le volume de la solution d'essai et le volume de la partie aliquote prélevée pour le développement de la coloration.

7 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 de la série suivante concernant les méthodes d'essais du sulfate d'ammonium à usage industriel :

ISO 2992 – *Dosage du fer – Méthode photométrique au 2,2'-bipyridyle.*

ISO 2993 – *Détermination de l'acidité libre – Méthode titrimétrique.*

ISO 2994 – *Détermination des matières insolubles dans l'eau – Méthode gravimétrique.*

ISO 3332 – *Dosage de l'azote ammoniacal – Méthode volumétrique après distillation.*[1)]

ISO 3333 – *Dosage du cuivre – Méthode photométrique au dibenzyldithiocarbamate de zinc.*[1)]

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2992:1974
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/997e46cc-6bff-4f3b-8f87-039fe805a817/iso-2992-1974

1) Actuellement au stade de projet.

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2992:1974
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/997e46cc-6bff-4f3b-8f87-039fe805a817/iso-2992-1974

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2992:1974
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/997e46cc-6bff-4f3b-8f87-039fe805a817/iso-2992-1974

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2992:1974
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/997e46cc-6bff-4f3b-8f87-039fe805a817/iso-2992-1974