

---

**NORME INTERNATIONALE**



**3201**

---

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

---

**Silicates de sodium et de potassium à usage industriel —  
Dosage du fer — Méthode photométrique à la  
1,10-phénanthroline**

*Sodium and potassium silicates for industrial use — Determination of iron content — 1,10-Phenanthroline  
photometric method*

Première édition — 1975-03-01

**(standards.iteh.ai)**

[ISO 3201:1975](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/66767deb-b137-4419-978a-23d7c3462a49/iso-3201-1975)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/66767deb-b137-4419-978a-23d7c3462a49/iso-3201-1975>

---

CDU 661.683 : 661.684 : 546.72 : 543.42

Réf. N° : ISO 3201-1975 (F)

**Descripteurs** : silicate de sodium, silicate de potassium, analyse chimique, dosage, fer, méthode photométrique.

## 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 3201 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 47, *Chimie*, et soumise aux Comités Membres en octobre 1973.

(standards.iteh.ai)

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

Afrique du Sud, Rép. d'	France	Royaume-Uni
Allemagne	Hongrie	Suisse
Australie	Inde	Tchécoslovaquie
Autriche	Israël	Thaïlande
Belgique	Italie	Turquie
Bulgarie	Nouvelle-Zélande	U.R.S.S.
Chili	Pays-Bas	Yougoslavie
Égypte, Rép. arabe d'	Portugal	
Espagne	Roumanie	

Aucun Comité Membre n'a désapprouvé le document.

# Silicates de sodium et de potassium 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 les silicates de sodium et de potassium à usage industriel.

## 2 DOMAINE D'APPLICATION

La méthode est applicable aux produits dont la teneur en fer est supérieure à 2 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 des réactifs de qualité analytique reconnue, et que de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

**4.1 Acide chlorhydrique**, solution 2 N environ.

**4.2 Chlorure d'hydroxylammonium**, ( $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$ ), solution à 100 g/l.

**4.3 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 environ d'eau. Ajouter, à la solution, 240 ml d'acide acétique cristallisable ( $\rho$  1,05 g/ml environ, solution à 99 à 100 % (m/m) ou 17,4 N environ), compléter le volume à 1 000 ml et homogénéiser.

**4.4 Eau de brome**, saturée à la température ambiante.

**4.5 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 ( $\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2\cdot\text{H}_2\text{O}$ ), solution à 2,5 g/l.

**4.6 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 0,000 1 g près, dans 200 ml d'eau. Ajouter 20 ml d'acide sulfurique  $\rho$  1,84 g/ml environ, refroidir jusqu'à la température ambiante, compléter le volume à 1 000 ml en fiole jaugée et homogénéiser.

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

Prélever 25,0 ml de la solution étalon de fer (4.6), les introduire 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.

**4.8 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.

**5.3 Creuset en platine**, avec couvercle, de diamètre supérieur 30 mm environ et de hauteur 30 mm environ.

## 6 MODE OPÉRATOIRE

### 6.1 Prise d'essai

Peser, à 0,01 g près, dans un vase à peser à couvercle en verre rodé, une masse de l'échantillon pour essai correspondant à 5 g environ de produit anhydre.

### 6.2 Essai à blanc

Introduire successivement, dans un bêcher de 600 ml, 25 ml d'eau, un volume de la solution d'acide chlorhydrique (4.1) supérieur de 15 ml à celui utilisé pour neutraliser la prise d'essai (voir 6.4.1), 5 gouttes de la solution de méthylorange (4.8), 5 ml d'eau de brome (4.4) pour décolorer l'indicateur. Faire bouillir durant 5 min, refroidir jusqu'à la température ambiante, transvaser

quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 250 ml, compléter au volume et homogénéiser. Poursuivre selon les spécifications de 6.4.2.

**6.3 Établissement de la courbe d'étalonnage**

**6.3.1 Préparation des solutions témoins** se rapportant à des mesurages photométriques effectués en cuves de 4 cm ou de 5 cm de parcours optique.

Dans une série de cinq fioles jaugées de 100 ml, introduire les volumes de la solution étalon de fer (4.7) indiqués dans le tableau suivant :

Solution étalon de fer (4.7)	Masse correspondante de Fe
ml	mg
0*	—
2,5	0,025
5,0	0,050
10,0	0,100
15,0	0,150

\* Solution de compensation.

Ajouter, dans chaque fiole, 5 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.1) et la quantité d'eau nécessaire pour atteindre un volume de 50 ml environ. Introduire ensuite 5 ml de la solution de chlorure d'hydroxylammonium (4.2), 5 ml de la solution de chlorhydrate de 1,10-phénanthroline (4.5) et 25 ml de la solution tampon (4.3). 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 600 ml. Ajouter 175 ml d'eau, puis neutraliser avec précaution au moyen de la solution d'acide chlorhydrique (4.1) en présence de 5 gouttes de la solution de méthylorange (4.8). Ajouter un excès de 15 ml de cet acide, puis 5 ml de l'eau de brome (4.4). Faire bouillir durant 5 min, refroidir jusqu'à la température ambiante, transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 250 ml, compléter au volume et homogénéiser.

NOTE — Si la solution obtenue est trouble, la rejeter et peser à 0,01 g près une nouvelle prise d'essai correspondant à 1 g de produit anhydre. L'introduire dans un creuset en platine, préalablement nettoyé par chauffage au four, rinçage à l'acide chlorhydrique et à l'eau. Ajouter 5 g de carbonate double de potassium et de sodium et chauffer lentement jusqu'à fusion du mélange.

Après refroidissement, dissoudre à l'aide de 100 ml d'eau chaude ajoutée par portions et transvaser quantitativement dans un bécher de 600 ml. Diluer à 150 ml et poursuivre selon les spécifications de 6.4.1 à partir de «... neutraliser avec précaution...». Modifier l'essai à blanc (6.2) en y ajoutant également 5 g de carbonate double de potassium et de sodium.

**6.4.2 Développement de la coloration**

Dans une fiole jaugée de 100 ml, introduire un volume de la solution d'essai (6.4.1) de 50,0 ml au maximum et contenant moins de 0,150 mg de fer. Ajouter 5 ml de la solution de chlorure d'hydroxylammonium (4.2), 5 ml de la solution de chlorhydrate de 1,10-phénanthroline (4.5) et 25 ml de la solution tampon (4.3). Compléter au volume, homogénéiser et attendre 10 min.

**6.4.3 Mesure photométrique**

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

**7 EXPRESSION DES RÉSULTATS**

Au moyen de la courbe d'étalonnage (6.3.3), 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

$$m_1 \times \frac{250}{V} \times \frac{1\ 000}{m_0} = \frac{250\ 000\ m_1}{Vm_0}$$

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;

$V$  est le volume, en millilitres, de la solution d'essai (6.4.1) prélevé pour le dosage.

**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.