

AVANT-PROPOS

La méthode décrite dans la présente norme est identique à celle qui fait l'objet de la Recommandation ISO/R 849.

1. OBJET

La présente norme spécifie une méthode de dosage spectrophotométrique du fer de l'acide phosphorique à usage industriel.

2. DOMAINE D'APPLICATION

La méthode est applicable au dosage des teneurs en fer exprimées en Fe, supérieures à 0,001 %.

2.1 CAS PARTICULIER

Acide phosphorique à usage industriel contenant des acides polyphosphoriques (voir chapitre 8).

NOTE

Si on n'est pas sûr de l'absence d'acides polyphosphoriques, effectuer le dosage directement d'après le cas particulier.

3. PRINCIPE

Réduction préalable du fer trivalent par le chlorure d'hydroxylammonium.

Formation du complexe fer bivalent-2,2'-bipyridyle en présence d'acétate d'ammonium à pH 3,1 et à la température de 75 °C (dans les conditions de l'essai, les ions phosphates n'interfèrent pas).

Mesure spectrophotométrique du complexe coloré à une longueur d'onde aux environs de 522 nm.

4. RÉACTIFS

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

4.1 Acide chlorhydrique $\rho_{20} = 1,19$ g/ml environ, solution à 37 % (m/m) ou 12 N environ.

4.2 2,2'-bipyridyle, solution chlorhydrique à 5 g/l.

Dissoudre 0,50 g de 2,2'-bipyridyle dans 10 ml de solution d'acide chlorhydrique $\rho_{20} = 1,19$ g/ml environ et compléter le volume à 100 ml.

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

Dissoudre 300 g d'acétate d'ammonium dans de l'eau et compléter le volume à 1 000 ml.

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

Dissoudre 10 g de chlorure d'hydroxylammonium (NH₂OH.HCl) dans de l'eau et compléter le volume à 1 000 ml.

Homologuée
par arrêté du 22-11-73
J.O. du 29-11-73

© AFNOR 1973. Droits de
reproduction et de traduction
réservés pour tous pays.

NF T 20-473

4.5 Fer, solution étalon contenant 2,00 g/l de Fe.

Peser, à 1 mg près, 7,022 g ce 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, transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 500 ml et compléter au volume.

1 ml de cette solution étalon contient 2,0 mg de Fe.

4.6 Fer, solution étalon contenant 0,020 g/l de Fe.

Prélever 10,0 ml de la solution étalon (4.5), les recevoir dans une fiole jaugée de 1 000 ml et compléter au volume.

1 ml de cette solution étalon contient 20 µg de Fe.

Préparer au moment de l'emploi.

5. APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire et

5.1 **pH-mètre**, muni d'une électrode en verre, sensible au moins à 0,1 unité de pH.

5.2 **Spectrophotomètre**, ou

5.3 **Électrophotomètre**.

6. MODE OPÉRATOIRE

6.1 **PRISE D'ESSAI**

Peser par différence, à 1 mg près, environ 5 g de l'échantillon pour essai.

Si cette quantité contient plus de 500 µg de Fe, réduire la prise d'essai de façon que le contenu soit compris, de préférence, entre 200 et 300 µg de Fe.

6.2 **ESSAI A BLANC**

Effectuer, parallèlement au dosage, un essai à blanc en suivant le mode opératoire décrit au paragraphe 6.4 et en utilisant la même quantité de tous les réactifs employés pour l'analyse. Toutefois, pour la préparation de la solution colorée, utiliser le même volume de la solution d'acétate d'ammonium (4.3) que celui utilisé pour le dosage (*).

6.3 **ÉTABLISSEMENT DE LA COURBE D'ÉTALONNAGE**

6.3.1 **Préparation des solutions témoins**, rapportées à des mesures spectrophotométriques effectuées en cuve de 1 cm.

6.3.1.1 **Essai préliminaire de contrôle du pH**

Dans un bécher de capacité convenable (100 ml, par exemple), introduire 5 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.1), diluer à environ 50 ml, ajouter 1 ml de la solution de chlorure d'hydroxylammonium (4.4) et 5 ml de la solution de 2,2'-bipyridyle (4.2). Laisser reposer environ 10 minutes et, à l'aide du pH-mètre (5.1), porter la solution à pH 3,1 par addition de la solution d'acétate d'ammonium (4.3). Noter le volume de la solution d'acétate d'ammonium ajouté pour la correction du pH et rejeter la solution.

(*) La différence entre le pH de la solution d'essai et celui de l'essai à blanc n'est pas significative.