

NORME FRANÇAISE
HOMOLOGUÉEANALYSE CHIMIQUE DES PRODUITS ORGANIQUES
DOSAGE DU FER
(Méthode spectrophotométrique au 2-2' bipyridyle)**NF**
T 20-613

Juillet 1967

OBJET

La présente norme a pour objet la description d'une méthode générale de dosage du fer dans les produits organiques à usage industriel (*).

PRINCIPE

Préparation de la prise d'essai.

Réduction du fer à l'état Fe II à l'aide de chlorure d'hydroxyammonium et formation d'un complexe rouge avec le 2-2' bipyridyle dans un milieu tamponné par de l'acétate d'ammonium. Spectrophotométrie.

RÉACTIFS

L'eau utilisée sera de l'eau distillée ou de l'eau déminéralisée, exempte de fer.

- 1 — Acide chlorhydrique ($\rho_{20} = 1,19$ g/ml) dilué 1 + 1 en volume;
- 2 — Solution d'urée : dissoudre 100 g d'urée dans 100 ml d'eau;
- 3 — Chlorure d'hydroxyammonium : solution à 100 g au litre;
- 4 — Acétate d'ammonium : solution à 500 g au litre;
- 5 — Solution de 2-2' bipyridyle : dissoudre 0,5 g de 2-2' bipyridyle dans 100 ml d'acide chlorhydrique N.
- 6 — Solution étalon de fer à 0,010 g de fer au litre, préparée suivant l'un des procédés suivants :
 - 6.1 — Introduire 0,500 g de fer pur dans une fiole conique contenant 50 ml d'acide chlorhydrique (1) dilué 1 + 1. Lorsque le dégagement gazeux s'affaiblit, placer la fiole dans un bain-marie pour assurer une dissolution complète. Transvaser, après refroidissement, dans une fiole jaugée de 1 000 ml et compléter au volume avec de l'eau. Diluer au cinquantième au moment de l'emploi la solution obtenue : 1 ml correspond à 10 μ g de fer.
 - 6.2 — Dissoudre 0,702 g de sulfate de fer II et d'ammonium $\text{FeSO}_4 (\text{NH}_4)_2 \text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dans 50 ml d'acide sulfurique ($\rho_{20} = 1,83$ g/ml) dilué 1 + 6. Transvaser dans une fiole jaugée de 1 000 ml et compléter au volume avec de l'eau. Diluer au dixième, au moment de l'emploi, la solution obtenue : 1 ml correspond à 10 μ g de fer.

APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire.

Spectrophotomètre.

(*) La méthode décrite dans la présente norme a été particulièrement expérimentée en vue de l'analyse de l'acide et de l'anhydride acétiques, de l'acide formique, des anhydrides phtalique et maléique, du paraformaldéhyde et du méthanol.

Homologuée
par arrêté du 26-6-67
J.O. du 30-6-67

MODE OPÉRATOIRE

Prise d'essai.

Prélever une masse ou un volume d'échantillon tel qu'il contienne une quantité de fer comprise entre 0 et 500 μg . Peser à 10 mg près, ou mesurer le volume de cette prise d'essai.

Préparation de la prise d'essai.

Cette préparation est fonction du produit analysé et doit conduire à une destruction totale des matières organiques, sans perte de fer. Se reporter aux indications données dans les documents relatifs à ce produit. A titre d'exemple sont indiqués en commentaires différents modes opératoires déjà normalisés.

Tracé de la courbe d'étalonnage.

Termes de la gamme ()*.

Introduire dans 6 fioles jaugées de 100 ml :

5 - 10 - 20 - 30 - 40 - 50 ml de solution étalon de fer (6) correspondant à :
50 - 100 - 200 - 300 - 400 - 500 μg de fer.

Compléter le volume de chaque fiole à 50 ml environ avec de l'eau puis ajouter 5 ml d'acide chlorhydrique (1) et 2 ml de solution de chlorure d'hydroxyammonium (3), mélanger et laisser reposer deux minutes.

Ajouter 30 ml d'acétate d'ammonium (4) et 5 ml de solution de 2-2' bipyridyle (5). Compléter au volume avec de l'eau et mélanger.

Effectuer les mesures spectrophotométriques sur chacun des termes de la gamme, au maximum de la courbe d'absorption (longueur d'onde généralement voisine de 520 nm), par rapport à l'eau. Ces mesures fournissent, pour chacun des termes, une valeur D' .

*Solutions de compensation (**)*.

Effectuer les mêmes opérations qu'au paragraphe « Termes de la gamme », mais sans ajouter les 5 ml de solution de 2-2' bipyridyle (5). Les mesures photométriques fournissent, pour chacun des termes, une valeur D'_0 .

Terme zéro.

Introduire 50 ml d'eau dans une fiole jaugée de 100 ml, ajouter 5 ml d'acide chlorhydrique (1) et poursuivre comme indiqué au paragraphe « Termes de la gamme ». La mesure photométrique fournit une valeur d' .

*Solution de compensation du terme zéro (**)*.

Introduire 50 ml d'eau dans une fiole jaugée de 100 ml, ajouter 5 ml d'acide chlorhydrique (1) et poursuivre comme indiqué au paragraphe « Termes de la gamme », mais sans ajouter les 5 ml de solution de 2-2' bipyridyle (5). La mesure photométrique fournit une valeur d'_0 .

Tracé de la courbe.

Calculer $(D' - D'_0) - (d' - d'_0)$ pour chacun des termes de la gamme et tracer la courbe d'étalonnage.

Dosage.

Développement de la coloration.

Transvaser quantitativement la solution résultant de la préparation de la prise d'essai dans une fiole jaugée de 100 ml et compléter le volume à 50 ml environ avec de l'eau.

(*) Les différents termes de la gamme prévue dans ce paragraphe sont donnés à titre d'exemple, en fonction d'un parcours optique de 10 mm.

(**) Les mesures photométriques sur les solutions de compensation permettent de tenir compte de l'absorption due à la coloration propre des réactifs.