
NORME INTERNATIONALE 4274

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

Urée à usage industriel — Dosage du biuret — Méthodes par absorption atomique dans la flamme et par photométrie d'absorption

Urea for industrial use — Determination of biuret content — Flame atomic absorption and photometric absorption methods

(standards.iteh.ai)

Première édition — 1977-10-15

[ISO 4274:1977](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e99f606d-c4d5-4c03-92e8-07a309b202de/iso-4274-1977>



CDU 661.717.5 : 547.495.5 : 543.42

Réf. n° : ISO 4274-1977 (F)

Descripteurs : produit chimique, urée, analyse chimique, dosage, biuret, méthode spectrophotométrique, méthode spectrophotométrique d'absorption atomique.

Prix basé sur 6 pages

AVANT-PROPOS

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est confiée aux comités techniques de l'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 4274 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 47, *Chimie*, et a été soumise aux comités membres en novembre 1975.

STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

Afrique du Sud, Rép. d'
Allemagne
Autriche
Belgique
Brésil
Chili
France

Hongrie
Inde
Israël
Mexique
Pays-Bas
Pologne
Roumanie

ISO 4274:1977

Royaume-Uni

Tchécoslovaquie

Thaïlande

Turquie

Yougoslavie

Le comité membre du pays suivant l'a désapprouvée pour des raisons techniques :

U.R.S.S.

Cette Norme internationale a également été approuvée par l'Union internationale de chimie pure et appliquée (IUPAC).

Urée à usage industriel – Dosage du biuret – Méthodes par absorption atomique dans la flamme et par photométrie d'absorption

1 OBJET

La présente Norme internationale spécifie une méthode par absorption atomique dans la flamme et une méthode par photométrie d'absorption, pour le dosage du biuret ($\text{H}_2\text{N.CO.NH.CO.NH}_2$) dans l'urée à usage industriel.

2 DOMAINE D'APPLICATION

Ces méthodes sont applicables aux produits dont la teneur en biuret est égale ou supérieure à 0,05 % (*m/m*) pour la méthode par absorption atomique et égale ou supérieure à 0,1 % (*m/m*) pour la méthode par photométrie d'absorption.

3 PRINCIPE

Formation d'un complexe entre le biuret et le sulfate de cuivre(II), en milieu alcalin. Fixation de ce complexe sur résine échangeuse d'anions; élution du cuivre d'abord par une solution de nitrate de potassium et ensuite par une solution d'acide nitrique. Dosage du cuivre selon l'une des deux méthodes suivantes :

– *Méthode par absorption atomique*

Pulvérisation de la solution au sein d'une flamme air-acétylène et mesurage de l'absorption de la raie 325 nm, émise par une lampe à cathode creuse au cuivre, en utilisant un spectrophotomètre d'absorption atomique.

– *Méthode par photométrie d'absorption*

Formation d'un complexe coloré entre le cuivre et le dibenzylthiocarbamate de zinc. Extraction de ce complexe par le tétrachlorure de carbone et mesurage à une longueur d'onde aux environs de 435 nm, en utilisant un spectrophotomètre ou un électrophotomètre.

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 Tétrachlorure de carbone, redistillé.

4.2 Biuret ($\text{H}_2\text{N.CO.NH.CO.NH}_2$).

4.3 Sulfate de cuivre(II), solution 0,05 M environ.

Dissoudre 12,5 g de sulfate de cuivre(II) pentahydraté ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) dans de l'eau, compléter à 1 000 ml et homogénéiser.

4.4 Hydroxyde d'ammonium, solution 9 M environ.

Diluer 700 ml d'une solution d'hydroxyde d'ammonium, ρ 0,91 g/ml environ, solution à 24 % (*m/m*) environ, compléter à 1 000 ml avec de l'eau et homogénéiser.

4.5 Hydroxyde de sodium, solution 3 M environ.

Dissoudre 120 g d'hydroxyde de sodium dans 500 ml environ d'eau et, après refroidissement, compléter à 1 000 ml et homogénéiser.

4.6 Solution alcaline de lavage.

Mélanger 100 ml de la solution d'hydroxyde d'ammonium (4.4) et 100 ml de la solution d'hydroxyde de sodium (4.5), compléter à 1 000 ml et homogénéiser.

4.7 Nitrate de potassium, solution 2 M environ.

Dissoudre 202,2 g de nitrate de potassium dans de l'eau, compléter à 1 000 ml et homogénéiser.

4.8 Acide nitrique, solution 0,2 M environ.

Diluer 13,3 ml d'une solution d'acide nitrique, ρ 1,40 g/ml environ, solution à 68 % (*m/m*) environ, compléter à 1 000 ml et homogénéiser.

4.9 Acide chlorhydrique, solution 1 M environ.

4.10 Dibenzylthiocarbamate de zinc, solution à 0,5 g/l dans le tétrachlorure de carbone.

Dissoudre 0,05 g de dibenzylthiocarbamate de zinc, $[(\text{C}_6\text{H}_5\text{CH}_2)_2\text{NCSS}]_2\text{Zn}$, dans un peu du tétrachlorure de carbone (4.1), compléter à 100 ml avec le même tétrachlorure de carbone et homogénéiser.

4.11 Résine échangeuse d'anions, de granulométrie comprise entre 0,15 et 0,30 mm, fortement basique, constituée de copolymères styrène-divinylbenzène ayant un groupement fonctionnel $N(CH_3)_3^+$ sous forme de chlorure.

4.12 Cuivre, solution étalon correspondant à 1,000 g de Cu par litre.

Peser, à 0,000 1 g près, 1,000 g de cuivre électrolytique (titre supérieur à 99,9 %), l'introduire dans un bécher de capacité convenable (par exemple 400 ml) et le dissoudre dans 100 ml d'une solution d'acide nitrique 8 M environ. Chauffer la solution sur une plaque chauffante jusqu'à ce que les fumées ne soient plus brunes, refroidir et ajouter 250 ml environ d'eau. Transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 1,000 mg de Cu.

4.13 Cuivre, solution étalon correspondant à 0,100 g de Cu par litre.

Prélever 50,0 ml de la solution étalon de cuivre (4.12), les introduire dans une fiole jaugée de 500 ml, compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 0,100 mg de Cu.

4.14 Cuivre, solution étalon correspondant à 0,010 g de Cu par litre.

Prélever 50,0 ml de la solution étalon de cuivre (4.13), les introduire dans une fiole jaugée de 500 ml, compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 0,010 mg de Cu.

Préparer cette solution au moment de l'emploi.

5 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Colonne pour chromatographie, à joints rodés, de hauteur utile 350 mm et de diamètre intérieur 12 mm, munie d'un disque en verre fritté, de porosité comprise entre 150 et 200 μm , et d'un robinet, à son extrémité inférieure, ainsi que d'un entonnoir cylindrique à robinet, gradué, de capacité 100 ml, à son extrémité supérieure (voir la figure).

5.2 Spectrophotomètre d'absorption atomique, muni d'un brûleur alimenté par de l'air comprimé et de l'acétylène, ainsi que d'une lampe à cathode creuse au cuivre, ou

5.3 Appareillage pour mesurages photométriques :

5.3.1 Spectrophotomètre, ou

5.3.2 Électrophotomètre, muni de filtres appropriés.

6 MODE OPÉRATOIRE

6.1 Prise d'essai

Peser, à 0,000 1 g près, $5 \pm 0,01$ g de l'échantillon pour essai.

6.2 Lavage de la résine

Placer 50 g environ de la résine (4.11) sur un tamis ayant une ouverture de maille de 0,15 mm et les laver abondamment avec un jet d'eau. Utiliser la partie de résine restant sur le tamis pour la préparation de la colonne.

6.3 Préparation de la colonne

Introduire la résine lavée (6.2) dans la colonne (5.1) jusqu'à une hauteur de 200 mm.

Introduire, dans la partie supérieure, un tampon de laine de quartz et remplir avec de l'eau jusqu'à un niveau situé à 5 mm au-dessus de la résine.

La résine peut présenter des parties capables d'absorber le complexe cuivre-biuret d'une façon irréversible. C'est la raison pour laquelle, avant sa première utilisation, il faut la soumettre deux fois au traitement prévu en 6.4 en remplaçant la prise d'essai par 0,050 g du biuret (4.2) et en rejetant les éluats.

Après chaque utilisation de la résine (même après le traitement spécifié dans l'alinéa précédent), la régénérer par un lavage, d'abord avec 100 ml de la solution de nitrate de potassium (4.7), ensuite avec 100 ml de la solution d'acide nitrique (4.8) et, enfin, avec de l'eau jusqu'à l'obtention, dans le dernier liquide de lavage, d'un pH compris entre 4,5 et 5.

6.4 Préparation de la solution d'essai

Placer la prise d'essai (6.1) dans une fiole conique de capacité convenable (par exemple, 100 ml) et la dissoudre dans un peu d'eau. Ajouter 5 ml de la solution de sulfate de cuivre(II) (4.3), 10 ml de la solution d'hydroxyde d'ammonium (4.4) et 10 ml de la solution d'hydroxyde de sodium (4.5); diluer à 100 ml environ et homogénéiser.

Faire passer quantitativement la solution à travers la colonne préparée (6.3) à une vitesse de 2 à 3 ml/min. Laver ensuite la colonne avec 120 ml environ de la solution alcaline de lavage (4.6). Rejeter tous les liquides.

Déplacer le complexe cuivre-biuret, fixé sur la résine, par élution, d'abord avec 100 ml de la solution de nitrate de potassium (4.7) et, ensuite, avec 100 ml de la solution d'acide nitrique (4.8), en recueillant quantitativement les éluats dans une même fiole jaugée de 1 000 ml. Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

Pour le dosage du cuivre dans la solution d'essai (6.4), suivre l'une des deux méthodes spécifiées en 6.5 et 6.6.

6.5 Méthode par absorption atomique dans la flamme

6.5.1 Établissement de la courbe d'étalonnage

6.5.1.1 PRÉPARATION DES SOLUTIONS TÉMOINS

Dans une série de quatre fioles jaugées de 1 000 ml, introduire les volumes de la solution étalon de cuivre (4.12) indiqués dans le tableau 1.

TABLEAU 1

Solution étalon de cuivre (4.12)	Masse correspondante de Cu
ml	mg
5,0	5
10,0	10
15,0	15
20,0	20

Ajouter, dans chaque fiole, 100 ml de la solution de nitrate de potassium (4.7) et, ensuite, 100 ml de la solution d'acide nitrique (4.8). Compléter au volume et homogénéiser.

6.5.1.2 MESURES SPECTROPHOTOMÉTRIQUES

Mettre préalablement le spectrophotomètre d'absorption atomique (5.2) sous tension durant le temps nécessaire à sa stabilisation. Régler la longueur d'onde aux environs de 325 nm, ainsi que la sensibilité et la fente, suivant les caractéristiques de l'appareil.

Régler la pression de l'air et de l'acétylène suivant les caractéristiques du pulvérisateur-brûleur, de manière à obtenir une flamme oxydante claire.

Régler la vitesse d'aspiration suivant les caractéristiques de l'appareil.

Pulvériser au sein de la flamme la série des solutions témoins (6.5.1.1) et mesurer l'absorbance de chacune d'elles. Avoir soin de maintenir constant le débit de solution pulvérisée pendant toute la durée de l'exécution de la courbe d'étalonnage.

Faire passer de l'eau à travers le brûleur après chaque mesurage.

6.5.1.3 TRACÉ DE LA COURBE

Tracer un graphique en portant, par exemple, sur l'axe des abscisses, les valeurs des masses, en milligrammes, de Cu contenues dans 1 000 ml de solution témoin et, sur l'axe des ordonnées, les valeurs correspondantes des absorbances.

6.5.2 Dosage

6.5.2.1 MESURES SPECTROPHOTOMÉTRIQUES

6.5.2.1.1 Mesurage d'orientation

Effectuer un premier mesurage d'orientation de la solution d'essai (6.4) selon les modalités spécifiées en 6.5.1.2, en

même temps que l'on effectue les mesurages spectrophotométriques des solutions témoins (6.5.1.1).

6.5.2.1.2 Mesurage par encadrement

Effectuer un deuxième mesurage de la solution d'essai (6.4), par encadrement entre deux solutions témoins ne différant que de 0,5 mg de Cu, préparées selon les modalités spécifiées en 6.5.1.1, en utilisant toutefois des quantités convenables de la solution étalon de cuivre (4.12).

6.5.3 Expression des résultats

La concentration, c , de cuivre (Cu), exprimée en milligrammes par litre, de la solution d'essai (6.4), est donnée par la formule

$$c = c_1 + (c_2 - c_1) \frac{A_0 - A_1}{A_2 - A_1}$$

où

c_1 est la concentration, en milligrammes par litre, de la solution témoin inférieure utilisée lors du dosage (6.5.2.1.2);

A_1 est la valeur de l'absorbance correspondante;

c_2 est la concentration, en milligrammes par litre, de la solution témoin supérieure utilisée lors du dosage (6.5.2.1.2);

A_2 est la valeur de l'absorbance correspondante;

A_0 est la valeur de l'absorbance correspondant à la solution d'essai (6.4).

La teneur en biuret, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$\frac{3,244\ 8 \times c \times 100}{1\ 000 \times m} = \frac{0,324\ 48\ c}{m}$$

où

c est la concentration de Cu, exprimée en milligrammes par litre, de la solution d'essai (6.4);

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai (6.1);

3,244 8 est la masse, en milligrammes, de biuret correspondant à 1 mg de Cu.

6.6 Méthode par photométrie d'absorption

6.6.1 Établissement de la courbe d'étalonnage

6.6.1.1 PRÉPARATION DES SOLUTIONS TÉMOINS, se rapportant à des mesurages photométriques effectués en cuves de 2 cm de parcours optique.

Dans une série de six ampoules à décanter de capacité 250 ml, contenant chacune 10 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.9), introduire les volumes de la solution étalon de cuivre (4.14) indiqués dans le tableau 2.

TABLEAU 2

Solution étalon de cuivre (4.14)	Masse correspondante de Cu
ml	mg
0 *	0
1,00	0,010
2,50	0,025
5,00	0,050
7,50	0,075
10,00	0,100

* Solution de compensation.

6.6.1.2 DÉVELOPPEMENT DE LA COLORATION

Diluer à 90 ml environ avec de l'eau le contenu de chaque ampoule à décanter, et mélanger. Ajouter 10 ml de la solution de dibenzylthiocarbamate de zinc (4.10), agiter énergiquement l'ampoule durant 1 min et laisser les deux phases se séparer. Soutirer la phase inférieure (organique) et la filtrer à travers un papier filtre sec, en recueillant le filtrat dans une fiole jaugée en verre sombre, de capacité 50 ml. Traiter la phase aqueuse avec 10 ml de la solution de dibenzylthiocarbamate de zinc, agiter énergiquement durant 1 min et laisser les phases se séparer. Soutirer la phase inférieure (organique) et la filtrer sur le même papier filtre, en recueillant le filtrat dans la même fiole jaugée. Répéter l'extraction de la phase aqueuse en employant 10 ml de la solution de dibenzylthiocarbamate de zinc et en recueillant la phase organique filtrée dans la même fiole jaugée. Enfin, laver trois fois le filtre avec 5 ml du tétrachlorure de carbone (4.1) chaque fois et en recueillant les filtrats dans la fiole jaugée. Compléter au volume avec le tétrachlorure de carbone et homogénéiser.

6.6.1.3 MESURES PHOTOMÉTRIQUES

Effectuer les mesurages photométriques à l'aide du spectrophotomètre (5.3.1) réglé à une longueur d'onde aux environs de 435 nm, ou de l'électrophotomètre (5.3.2) muni de filtres appropriés, après avoir ajusté l'appareil au zéro d'absorbance par rapport à la solution de compensation.

6.6.1.4 TRACÉ DE LA COURBE

Tracer un graphique en portant, par exemple, sur l'axe des abscisses, les valeurs des masses, en milligrammes, de Cu contenues dans 50 ml de solution témoin (6.6.1.1) et, sur l'axe des ordonnées, les valeurs correspondantes des absorbances.

6.6.2 Essai à blanc

Effectuer, parallèlement au dosage et en suivant le même mode opératoire, un essai à blanc en employant les mêmes quantités de tous les réactifs que celles utilisées pour le dosage, mais en omettant la prise d'essai.

6.6.3 Dosage

6.6.3.1 DÉVELOPPEMENT DE LA COLORATION

Prélever un volume de la solution d'essai (6.4) contenant 0,01 à 0,10 mg de Cu, l'introduire dans une ampoule à décanter de capacité 250 ml, contenant 10 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.9), et procéder au développement de la coloration selon les modalités spécifiées en 6.6.1.2.

6.6.3.2 MESURES PHOTOMÉTRIQUES

Effectuer les mesurages photométriques de la solution (6.6.3.1) et de la solution correspondante de l'essai à blanc selon les modalités spécifiées en 6.6.1.3, après avoir ajusté l'appareil au zéro d'absorbance par rapport au tétrachlorure de carbone (4.1).

6.6.4 Expression des résultats

Au moyen de la courbe d'étalonnage (6.6.1.4), déterminer la masse de cuivre correspondant à l'absorbance de la solution (6.6.3.1) et celle correspondant à l'absorbance de la solution de l'essai à blanc.

La teneur en biuret, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$\frac{(m_1 - m_2) \times 3,244\ 8 \times D \times 100}{1\ 000 \times m_0}$$

$$= \frac{(m_1 - m_2) \times 0,324\ 48 \times D}{m_0}$$

où

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai (6.1);

m_1 est la masse, en milligrammes, de cuivre trouvée dans la solution (6.6.3.1);

m_2 est la masse, en milligrammes, de cuivre trouvée dans la solution correspondante de l'essai à blanc (6.6.2);

D est le rapport entre le volume de la solution d'essai (6.4) et le volume de la partie aliquote prélevée pour le développement de la coloration;

3,244 8 est la masse, en milligrammes, de biuret correspondant à 1 mg de cuivre.

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 de toutes opérations facultatives.

Dimensions en millimètres

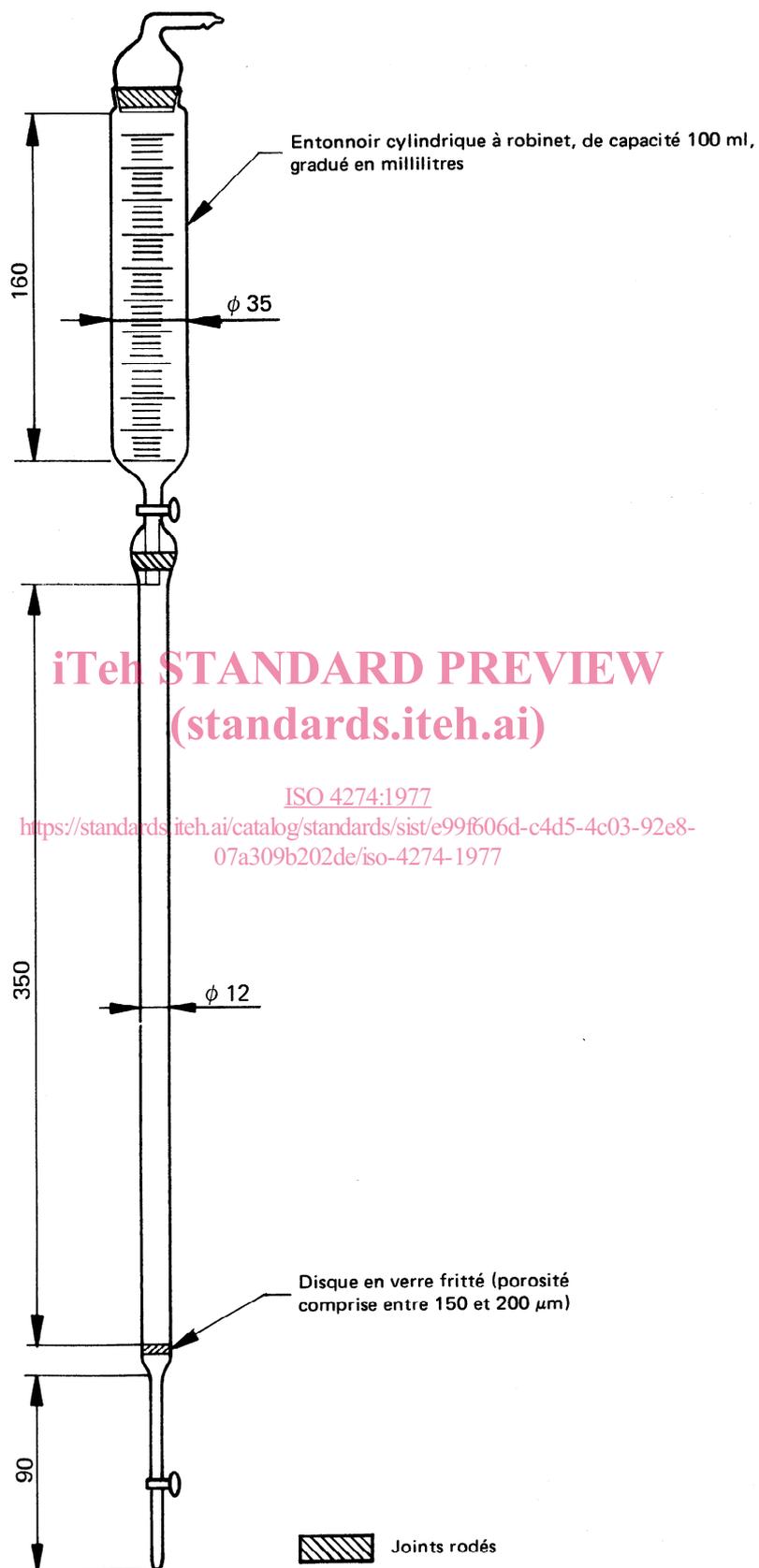


FIGURE – Colonne pour chromatographie

ANNEXE

PUBLICATIONS ISO RELATIVES À L'URÉE À USAGE INDUSTRIEL

ISO 1592 – Dosage de l'azote – Méthode titrimétrique après distillation.

ISO 1593 – Détermination de l'alcalinité – Méthode titrimétrique.

ISO 1594 – Détermination des cendres – Méthode gravimétrique.

ISO/R 1595 – Dosage du fer – Méthode photométrique au 2,2'-bipyridyle.

ISO 2749 – Mesurage du pH d'une solution d'urée à concentration conventionnelle de 100 g/l – Méthode potentiométrique.

ISO 2750 – Détermination de la coloration d'une solution urée-formaldéhyde, en unités Hazen (échelle platine-cobalt).

ISO 2751 – Détermination du coefficient tampon – Méthode potentiométrique.

ISO 2752 – Mesurage de la variation de pH en présence de formaldéhyde – Méthode potentiométrique.

ISO 2753 – Dosage de l'eau – Méthode de Karl Fischer.

ISO 2754 – Dosage du biuret – Méthode photométrique.

ISO 4274 – Dosage du biuret – Méthodes par absorption atomique dans la flamme et par photométrie d'absorption.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 4274:1977](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e99f606d-c4d5-4c03-92e8-07a309b202de/iso-4274-1977)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e99f606d-c4d5-4c03-92e8-07a309b202de/iso-4274-1977>