
NORME INTERNATIONALE



4276

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

Ammoniac anhydre à usage industriel – Évaluation du résidu à l'évaporation – Méthode gravimétrique

Anhydrous ammonia for industrial use – Evaluation of residue on evaporation – Gravimetric method

Première édition – 1978-04-01

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 4276:1978](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e7ca9307-d02d-44e6-b693-427c25f07212/iso-4276-1978)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e7ca9307-d02d-44e6-b693-427c25f07212/iso-4276-1978>

CDU 661.51 : 543.714

Réf. n° : ISO 4276-1978 (F)

Descripteurs : produit chimique, ammoniac, analyse chimique, dosage, résidu chimique, méthode par évaporation, méthode gravimétrique.

Prix basé sur 3 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 4276 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 47, *Chimie*, et a été soumise aux comités membres en novembre 1975.

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

Afrique du Sud, Rép. d'	Inde	Suisse
Allemagne	Israël	Tchécoslovaquie
Autriche	Italie	Thaïlande
Belgique	Mexique	Turquie
Bésil	Nouvelle-Zélande	U.R.S.S.
Chili	Pologne	Yougoslavie
France	Roumanie	
Hongrie	Royaume-Uni	

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

Pays-Bas

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

Ammoniac anhydre à usage industriel – Évaluation du résidu à l'évaporation – Méthode gravimétrique

AVERTISSEMENT – L'ammoniac anhydre liquéfié est un produit extrêmement caustique et toxique, dont le point d'ébullition est $-33,3^{\circ}\text{C}$ à la pression atmosphérique normale. Son action sur la peau et les yeux est fortement corrosive, provoquant des brûlures graves et douloureuses.

Ses vapeurs provoquent de fortes irritations des muqueuses et des yeux et une action étouffante sur les voies respiratoires.

Aux concentrations comprises entre 16 et 25 % (V/V), l'ammoniac anhydre à l'état gazeux forme avec l'air des mélanges explosifs.

Le personnel chargé de la manipulation du produit doit être instruit de manière adéquate et doit être au courant de son caractère périlleux.

Les opérateurs doivent porter des gants en caoutchouc et une protection complète du visage et de la tête, et doivent disposer d'un masque de protection contre les gaz équipé d'un filtre pour l'ammoniac.

Les manipulations successives des échantillons prélevés doivent être faites uniquement sous une hotte bien ventilée.

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme internationale spécifie une méthode gravimétrique d'évaluation du résidu à l'évaporation de l'ammoniac anhydre à usage industriel.

La méthode est applicable aux produits dont le résidu à l'évaporation est égal ou supérieur à 0,02 % (m/m).

NOTE – Dans le cas de produits obtenus au moyen d'installations modernes, dont la limite inférieure du résidu à l'évaporation est au-dessous de la limite indiquée, l'évaluation spécifiée dans la présente Norme internationale n'est en général pas requise. Dans le cas où elle serait effectuée, il suffit d'indiquer que le résultat obtenu est inférieur à 0,02 % (m/m).

2 RÉFÉRENCE

ISO . . . , *Ammoniac anhydre liquéfié à usage industriel – Prélèvement d'un échantillon pour laboratoire*.¹⁾

3 PRINCIPE

Évaporation, à la température ambiante, d'une prise d'essai d'ammoniac anhydre liquéfié et pesée du résidu.

Titration de l'ammoniac contenu dans le résidu par une solution titrée d'acide sulfurique, en présence d'indicateur. Soustraction de la masse d'ammoniac dosée de celle du résidu.

4 RÉACTIFS

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

4.1 Mélange réfrigérant, constitué par du dioxyde de carbone solide et du méthanol de qualité technique, dans un rapport capable d'atteindre une température comprise entre -35 et -40°C . En variante au méthanol, on peut utiliser de l'acétone technique.

4.2 Acide sulfurique, solution 2 N environ.

4.3 Acide sulfurique, solution titrée 0,1 N.

4.4 Rouge de méthyle, solution à 1 g/l dans de l'éthanol à 95 % (V/V).

5 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Éprouvette en verre, de capacité totale 150 ml environ, munie d'un bouchon en verre rodé ou en polytétrafluoroéthylène (PTFE) 24/29, ayant un trait repère à 100 ml (masse de l'éprouvette et de son bouchon : 110 g environ).

1) En préparation.

L'éprouvette est reliée à deux robinets à trois voies (3 et 4) permettant de la mettre en communication, d'un côté, avec le récipient contenant l'ammoniac anhydre et, de l'autre côté, avec deux fioles coniques (A et B), de capacité 1 000 ml, reliées en série.

Les robinets sont lubrifiés à la silicone ou construits en PTFE.

5.2 Vase de Dewar, capable de contenir l'éprouvette (5.1).

Un exemple d'appareillage assemblé est représenté à la figure.

6 MODE OPÉRATOIRE

Effectuer toutes les opérations qui suivent sous une hotte bien ventilée.

6.1 Prise d'essai

Peser, à 0,1 g près, sur une balance technique, les deux fioles coniques (A et B), contenant chacune 500 ml environ de la solution d'acide sulfurique (4.2) et quelques gouttes de la solution de rouge de méthyle (4.4), avec les tubes de connexion à partir du point 5 indiqué sur la figure.

Peser, à 0,000 1 g près, sur une balance analytique, l'éprouvette (5.1) bouchée, l'immerger dans le vase de Dewar (5.2) rempli aux trois quarts du mélange réfrigérant (4.1) et, après l'avoir débouchée, la relier aux fioles coniques.

Manœuvrer le robinet 3 de manière à exclure l'éprouvette et mettre en communication avec l'atmosphère les deux branches 1 et 2.

Relier la branche 1 au récipient contenant l'échantillon pour laboratoire prélevé conformément aux spécifications de l'ISO . . . , à l'aide d'un tuyau en caoutchouc. Ouvrir, avec précaution, la vanne du récipient contenant l'ammoniac anhydre, et laisser se dégager lentement l'ammoniac dans l'atmosphère, jusqu'à ce que les branches 1 et 2 soient bien refroidies et jusqu'au moment où l'ammoniac commence à sortir sous forme de gouttes.

À ce moment, manœuvrer le robinet 3 de manière à exclure la branche 2, en mettant en même temps en communication la branche 1 avec l'éprouvette et en laissant ouverte, au moyen du robinet 4, la branche 6.

Presque en même temps, manœuvrer le robinet 4 de manière à relier les deux fioles coniques à l'ensemble de l'appareillage, en ayant soin d'exclure la branche 6.

L'ammoniac anhydre liquide est ainsi recueilli dans l'éprouvette, tandis que les vapeurs qui se dégagent sont absorbées par la solution d'acide sulfurique (4.2) contenue dans les deux fioles coniques.

Lorsque l'ammoniac liquéfié recueilli dans l'éprouvette atteint le trait repère indiquant le volume de 100 ml, tourner le robinet 4 de manière à relier l'éprouvette à l'atmosphère, en excluant les deux fioles coniques.

Manœuvrer immédiatement le robinet 3 pour exclure l'éprouvette et laisser s'échapper l'ammoniac dans l'atmosphère à travers la branche 2.

Fermer alors la vanne à échantillonnage du récipient contenant l'ammoniac anhydre et débrancher l'appareil.

6.2 Détermination

Extraire l'éprouvette et son contenu du vase de Dewar, et laisser s'évaporer lentement l'ammoniac à la température ambiante, jusqu'à l'obtention d'un résidu constitué par une solution aqueuse ammoniacale, par de l'huile et par d'autres substances non volatiles à la température ambiante.

Attendre que l'éprouvette et son contenu atteignent la température ambiante (20 °C environ) et faire passer un faible courant d'air sec (100 l/h environ) durant 30 s. Boucher l'éprouvette, l'essuyer avec un chiffon propre et sec, et la peser avec son contenu à 0,000 1 g près.

Ajouter, dans l'éprouvette, 50 ml d'eau et quelques gouttes de la solution de rouge de méthyle (4.4). Agiter et titrer avec la solution d'acide sulfurique (4.3) jusqu'à virage de l'indicateur du jaune au rouge. Peser de nouveau, à 0,1 g près, les deux fioles coniques avec les tubes de connexion, après qu'ils ont atteint la température ambiante.

7 EXPRESSION DES RÉSULTATS

Le résidu à l'évaporation est donné, en pourcentage en masse, par la formule

$$\frac{m_2 - m_1 - m_3}{m_0} \times 100$$

où

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai (6.1), constituée par : le volume, en millilitres, de l'ammoniac anhydre liquéfié recueilli dans l'éprouvette, multiplié par 0,68 (0,68 g/ml étant la masse volumique de l'ammoniac anhydre liquéfié), plus l'augmentation de masse, en grammes, des deux fioles coniques et des tubes de connexion;

m_1 est la masse, en grammes, de l'éprouvette (5.1) vide et bouchée;

m_2 est la masse, en grammes, de l'éprouvette bouchée contenant le résidu après l'évaporation;

m_3 est la masse, en grammes, d'ammoniac déterminée par titrage, dans le résidu à l'évaporation, calculée de la façon suivante :

$V \times 0,001 7$, où V est le volume, en millilitres, de la solution d'acide sulfurique (4.3), utilisé pour le titrage.

NOTE — Si la solution titrée utilisée n'a pas exactement la concentration prévue dans la liste des réactifs, une correction appropriée doit être appliquée.

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 dans la Norme internationale à laquelle il est fait référence, ou de toutes opérations facultatives.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 4276:1978](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e7ca9307-d02d-44e6-b693-427c25f07212/iso-4276-1978)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e7ca9307-d02d-44e6-b693-427c25f07212/iso-4276-1978>

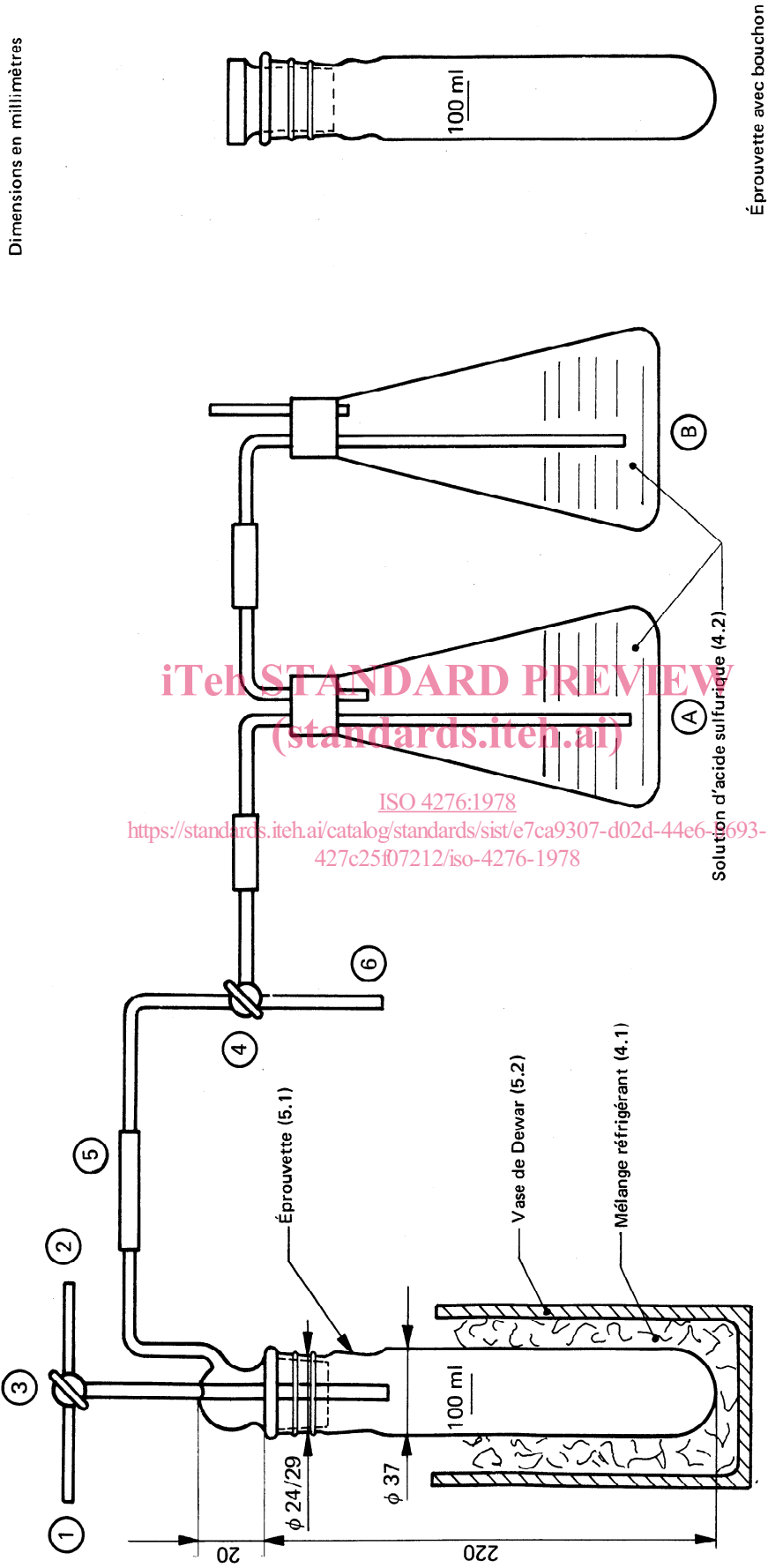


FIGURE — Appareil type pour l'évaluation du résidu à l'évaporation de l'ammoniac anhydre

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4276:1978

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e7ca9307-d02d-44e6-b693-427c25f07212/iso-4276-1978>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4276:1978

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e7ca9307-d02d-44e6-b693-427c25f07212/iso-4276-1978>