
Norme internationale



5314

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

Engrais — Dosage de l'azote ammoniacal — Méthode titrimétrique après distillation

Fertilizers — Determination of ammoniacal nitrogen content — Titrimetric method after distillation

Première édition — 1981-05-15

ITEH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 5314:1981](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e10f4b6d-1491-4f8a-8c86-851d2acf80af/iso-5314-1981)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e10f4b6d-1491-4f8a-8c86-851d2acf80af/iso-5314-1981>

CDU 631.8 : 543.24 : 546.171.1

Réf. n° : ISO 5314-1981 (F)

Descripteurs : fertilisant, analyse chimique, dosage, azote, azote ammoniacal, méthode volumétrique.

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 5314 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 134, *Fertilisants*, et a été soumise aux comités membres en mars 1978.

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

[ISO 5314:1981](#)

Afrique du Sud, Rép. d'
Allemagne, R. F.
Australie
Brésil
Canada
Égypte, Rép. arabe d'
Espagne
France
Hongrie
Inde

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e10f4b6d-1491-4f8a-8c86-851d2a6830a7/iso-5314-1981>
Iran
Irlande
Israël
Italie
Kenya
Mexique
Norvège
Nouvelle-Zélande
Pays-Bas
Philippines

Pologne
Portugal
Roumanie
Royaume-Uni
Tchécoslovaquie
Thaïlande
Turquie
URSS
Venezuela
Yougoslavie

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

Engrais — Dosage de l'azote ammoniacal — Méthode titrimétrique après distillation

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de dosage de l'azote ammoniacal dans les engrais, par titrimétrie après distillation.

La méthode est uniquement applicable en l'absence d'urée ou de ses dérivés, de cyanamide et de composés azotés organiques.

2 Références

ISO/R 385, *Burettes*.

ISO 641, *Verrerie de laboratoire — Assemblages sphériques rodés interchangeables*.

ISO 648, *Verrerie de laboratoire — Pipettes à un trait*.

ISO 1042, *Verrerie de laboratoire — Fioles jaugées à un trait*.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 5314:1981
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e10f4b6d-1491-4f8a-8c86-851a2c1f7a77/iso-5314-1981>

4.4 Hydroxyde de sodium, solution titrée, $c(\text{NaOH}) = 0,20 \text{ mol/l}$.¹⁾

4.5 Acide sulfurique, solution titrée, $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,10 \text{ mol/l}$.¹⁾

4.6 Indicateur, solution.

4.6.1 Rouge de méthyle voilé, solution éthanolique.

Mélanger 50 ml d'une solution éthanolique de rouge de méthyle à 2 g/l avec 50 ml d'une solution éthanolique de bleu de méthylène à 1 g/l, ou

4.6.2 Rouge de méthyle, solution éthanolique.

Dissoudre 0,1 g de rouge de méthyle dans 50 ml d'éthanol à 95 % (V/V).

4.7 Papier indicateur de pH, large gamme.

3 Principe

Distillation de l'ammoniac après déplacement par une solution alcaline; absorption dans un excès de solution titrée d'acide sulfurique et titrage en retour avec une solution titrée d'hydroxyde de sodium, en présence de rouge de méthyle ou de rouge de méthyle voilé comme indicateur.

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 Sulfate d'ammonium, séché à 105 °C jusqu'à masse constante.

4.2 Acide chlorhydrique, solution.

Diluer de l'acide chlorhydrique concentré, $\rho \approx 1,18 \text{ g/ml}$, 1 + 1 avec de l'eau.

4.3 Hydroxyde de sodium, solution à environ 400 g/l.

5 Appareillage

5.1 Appareil de distillation.

Les éléments de l'appareil peuvent être reliés entre eux au moyen de raccords et tubes en caoutchouc ou par l'emploi de joints en verre rodés.

Les joints en verre rodés doivent être maintenus assemblés par des pinces à ressort afin d'assurer leur étanchéité. Les raccords et les tubes doivent être remplacés dès qu'ils commencent à se détériorer ou à montrer des signes d'usure.

Un appareil approprié est représenté à la figure et comprend les éléments suivants :

5.1.1 Ballon à fond rond, de capacité nominale 1 litre.

5.1.2 Tube à distiller coudé, muni d'une ampoule de garde et d'un entonnoir cylindrique d'introduction, de capacité 100 ml.

5.1.3 Réfrigérant d'Allihn, à sept boules, muni, à la sortie, d'un réservoir d'expansion, de capacité environ 100 ml, suivi d'un tube à écoulement.

1) Jusqu'à présent désignée «solution titrée 0,20 N».

5.1.4 Fiole réceptrice (fiole conique ou bécher conique), de capacité 500 ml.

5.2 Deux burettes, de capacité 50 ml, conformes aux spécifications de l'ISO/R 385, classe A.

5.3 Fiole jaugée à un trait, de capacité 500 ml, conforme aux spécifications de l'ISO 1042, classe A.

5.4 Pipettes à un trait, de capacités 10 — 25 — 50 et 100 ml, conformes aux spécifications de l'ISO 648, classe A.

5.5 Agitateur mécanique, animé d'un mouvement de rotation ou de va-et-vient.

5.6 Granulés de corindon ou dispositif antisoubresauts constitué d'une baguette de verre de 100 mm × ϕ 5 mm reliée à un tube de polyéthylène de longueur 25 mm.

6 Mode opératoire

6.1 Prise d'essai

Peser, à 0,001 g près, environ 10 g de l'échantillon pour analyse et les introduire dans la fiole jaugée à un trait (5.3).

NOTE — Des méthodes de préparation des échantillons pour analyse feront l'objet d'une Norme internationale ultérieure.

6.2 Préparation de la solution d'essai

6.2.1 Produits solubles dans l'eau

Ajouter, à la prise d'essai (6.1), environ 400 ml d'eau à 20 °C et secouer la fiole continuellement durant 30 min à l'aide de l'agitateur mécanique (5.5).

6.2.2 Produits contenant des matières insolubles dans l'eau et susceptibles de retenir de l'ammoniac

Ajouter, à la prise d'essai (6.1), 50 ml d'eau et 20 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.2). Mélanger le contenu de la fiole et laisser reposer jusqu'à ce que toute libération de dioxyde de carbone ait cessé. Ajouter environ 400 ml d'eau à 20 °C et secouer la fiole continuellement durant 30 min à l'aide de l'agitateur mécanique.

NOTE — La dissolution complète de la prise d'essai n'est pas nécessaire. Le mode opératoire décrit extrait tout l'azote ammoniacal.

6.3 Dosage

Compléter le contenu de la fiole jaugée au volume avec de l'eau, homogénéiser et filtrer à travers un papier filtre sec pour filtration moyenne et à bas taux de cendres, en recueillant le filtrat dans un bécher sec. Rejeter les premiers 50 ml du filtrat et en transférer une partie aliquote, à l'aide d'une pipette (5.4), dans le ballon (5.1.1). La partie aliquote doit contenir, de préférence, entre 75 et 100 mg d'azote ammoniacal mais, dans tous les cas, cette masse doit être comprise dans la gamme de 25 à 100 mg.

Diluer le contenu de la fiole à environ 200 ml avec de l'eau et y ajouter quelques granulés de corindon ou le dispositif antisoubresauts (5.6) pour prévenir les projections lors de la distillation. Ajouter quelques gouttes de la solution d'indicateur (4.6). Assembler l'appareillage comme indiqué sur la figure.

Introduire, dans la fiole réceptrice (5.1.4), 50,0 ml de la solution titrée d'acide sulfurique (4.5), à l'aide d'une burette (5.2), et ajouter 4 ou 5 gouttes de la solution d'indicateur (4.6). Placer la fiole réceptrice de façon que l'extrémité du tube à écoulement (voir 5.1.3) soit au-dessous de la surface de l'acide, en ajoutant de l'eau au contenu de la fiole si nécessaire.

Verser 15 ml de la solution d'hydroxyde de sodium (4.3) dans l'entonnoir d'introduction. Si 20 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.2) ont été ajoutés pour dissoudre la prise d'essai (voir 6.2), employer 25 ml de la solution d'hydroxyde de sodium (4.3).

Refroidir le contenu du ballon à la température ambiante et ajouter la solution d'hydroxyde de sodium (4.3). Lorsque presque toute la solution d'hydroxyde de sodium a été ajoutée, fermer le robinet, en ne laissant qu'environ 2 ml de solution dans l'entonnoir d'introduction.

Porter le contenu du ballon à ébullition, en augmentant progressivement la vitesse de chauffage jusqu'à ce que le contenu du ballon bouille énergiquement. Le contenu du ballon doit rester alcalin durant la période de distillation. Lorsqu'au moins 150 ml de distillat ont été recueillis, retirer partiellement la fiole réceptrice de sorte que le tube à écoulement arrive au niveau du rebord de la fiole. Essayer, sur le distillat à venir, le papier indicateur de pH (4.7) pour vérifier que tout l'ammoniac a été complètement distillé. Arrêter la source de chaleur.

Détacher le tube à distiller du réfrigérant et laver ce dernier, ainsi que le réservoir d'expansion et l'extérieur du tube à écoulement, avec de l'eau, en recueillant les eaux de lavage dans la fiole réceptrice.

Titrer en retour l'excès d'acide avec la solution titrée d'hydroxyde de sodium (4.4) jusqu'à coloration neutre de l'indicateur.

6.4 Essai à blanc

Effectuer, parallèlement au dosage et en suivant le même mode opératoire, un essai à blanc en employant les mêmes réactifs que ceux utilisés pour le dosage, mais en omettant la solution d'essai.

Le résultat de l'essai à blanc ne doit pas dépasser 0,25 ml de solution d'acide sulfurique à 0,10 mol/l.

6.5 Essai de contrôle

Effectuer un contrôle périodique de l'efficacité de l'appareillage et de la fiabilité de la méthode, en utilisant une partie aliquote d'une solution fraîchement préparée à partir du sulfate d'ammonium (4.1), contenant 100 mg d'azote. Exécuter l'essai de contrôle en adoptant les mêmes conditions aussi bien pour le dosage proprement dit que pour l'essai à blanc et en utilisant le même indicateur.

7 Expression des résultats

7.1 Mode de calcul

La teneur en azote ammoniacal, exprimée en pourcentage en masse d'azote (N), est donnée par la formule

$$\frac{[(V_1 - V_2) - (V_3 - V_4)] \times 0,002\,801 \times 100}{m}$$

$$= \frac{V_4 - V_2}{m} \times 0,280\,1$$

où

V_1 est le volume, en millilitres, de la solution titrée d'acide sulfurique (4.5), utilisé pour le dosage (soit 50,0 ml);

V_2 est le volume, en millilitres, de la solution titrée d'hydroxyde de sodium (4.4), utilisé pour le dosage;

V_3 est le volume, en millilitres, de la solution titrée d'acide sulfurique (4.5), utilisé pour l'essai à blanc (soit 50,0 ml);

V_4 est le volume, en millilitres, de la solution titrée d'hydroxyde de sodium (4.4), utilisé pour l'essai à blanc;

m est la masse, en grammes, d'échantillon contenue dans la partie aliquote prélevée pour le dosage.

NOTE — Si les solutions titrées employées n'ont pas exactement les concentrations prévues dans la liste des réactifs, des corrections appropriées doivent être appliquées.

7.2 Fidélité

Les informations statistiques indiquées ci-après ont été obtenues à partir de l'examen de 22 séries de résultats (deux opéra-

tions dans chaque cas, chaque opérateur effectuant deux opérations) provenant de laboratoires de sept pays différents.

7.2.1 Répétabilité

La différence entre les résultats successifs, obtenus par le même opérateur, à l'aide du même appareillage dans les mêmes conditions opératoires et sur le même matériau d'essai, ne doit pas, en fin de compte, dans la mise en œuvre normale et correcte de la méthode d'essai, dépasser 0,03 % (m/m) à un niveau de confiance de 95 %.

7.2.2 Reproductibilité

La différence entre deux résultats individuels et indépendants, obtenus par des opérateurs différents dans des laboratoires différents sur le même matériau d'essai, ne doit pas, en fin de compte, dans la mise en œuvre normale et correcte de la méthode d'essai, dépasser 0,08 % (m/m) à un niveau de confiance de 95 %.

8 Procès-verbal d'essai

Le procès-verbal d'essai doit comprendre les indications suivantes :

- référence de la méthode utilisée, c'est-à-dire ISO 5314;
- résultats et mode d'expression employé;
- compte rendu de tous détails particuliers éventuels, relevés au cours de l'essai;
- compte rendu de toutes opérations non prévues dans la présente Norme internationale, ou de toutes opérations facultatives.

Dimensions en millimètres

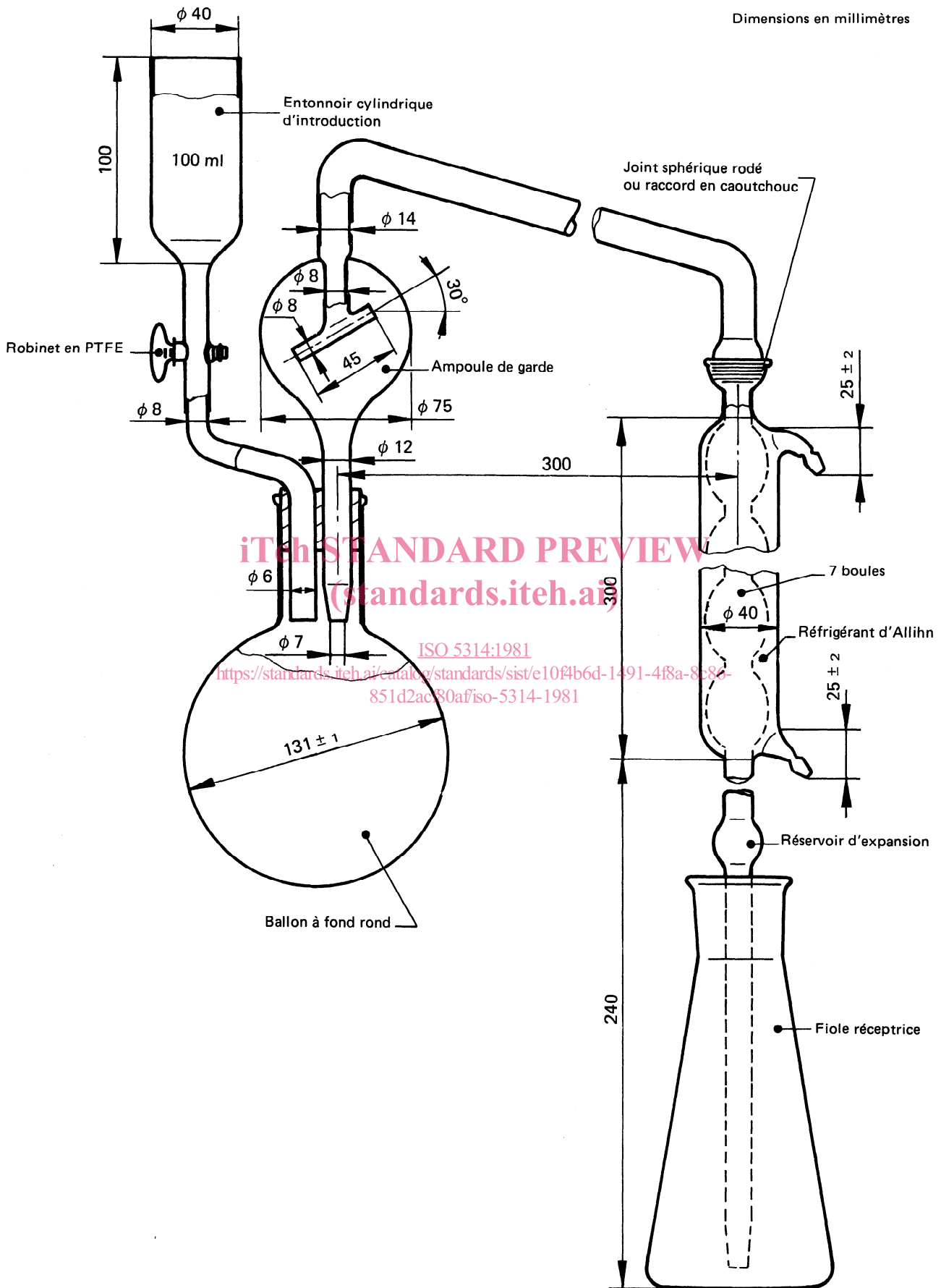


Figure — Type d'appareil de distillation

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 5314:1981

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e10f4b6d-1491-4f8a-8c86-851d2acf80af/iso-5314-1981>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 5314:1981

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e10f4b6d-1491-4f8a-8c86-851d2acf80af/iso-5314-1981>