
Norme internationale



5315

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

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

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

Première édition — 1984-06-01

ITEH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 5315:1984](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/82e4fd61-f436-4f38-b72e-16dc98a60a48/iso-5315-1984)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/82e4fd61-f436-4f38-b72e-16dc98a60a48/iso-5315-1984>

CDU 631.8 : 543.24 : 546.17

Réf. n° : ISO 5315-1984 (F)

Descripteurs : engrais, analyse chimique, dosage, azote, méthode volumétrique, distillation.

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 5315 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 134, *Fertilisants*, et a été soumise aux comités membres en mai 1982.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

Afrique du Sud, Rép. d'	Inde	Portugal
Allemagne, R.F.	Italie	Royaume-Uni
Chine	Kenya	Sri Lanka
Corée, Rép. de	Mexique	Tchécoslovaquie
Égypte, Rép. arabe d'	Norvège	Thaïlande
Espagne	Nouvelle-Zélande	URSS
France	Pays-Bas	USA
Hongrie	Pologne	

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

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

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode titrimétrique, après distillation, de dosage de l'azote total dans les engrais sous toutes les formes, y compris celles qui doivent être minéralisées.

La méthode n'est pas recommandée pour les engrais contenant plus de 7 % de matière organique.

2 Principe

Réduction des nitrates en ammoniac par du chrome en poudre en milieu acide. Transformation de l'azote organique et de l'urée en sulfate d'ammonium par minéralisation avec de l'acide sulfurique concentré, en présence d'un catalyseur. Distillation de l'ammoniac, à partir d'une solution alcaline, absorption dans un excès de solution titrée d'acide sulfurique et titrage en retour par une solution titrée d'hydroxyde de sodium, en présence de rouge de méthyle ou de rouge de méthyle voilé comme indicateur.

3 Réactifs

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et, en particulier, ayant de faibles teneurs en azote (voir 5.3), et de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

3.1 Chrome métallique, en poudre, de granulométrie inférieure ou égale à 250 μm .

3.2 Trioxyde d'aluminium, fondu. On peut utiliser la pierre ponce.

3.3 Agent antimousse, par exemple cire de paraffine ayant un point de fusion supérieur à 100 °C, ou silicone.

3.4 Nitrate d'ammonium, séché à 100 °C jusqu'à masse constante.

3.5 Catalyseur solide de minéralisation, finement divisé, composé de

- sulfate de potassium (K_2SO_4): 1 000 g ;
- sulfate de cuivre(II) pentahydraté ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$): 50 g.

3.6 Acide sulfurique, concentré, ρ 1,84 g/ml.

3.7 Acide chlorhydrique, concentré, ρ 1,18 g/ml.

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

3.9 Hydroxyde de sodium, solution titrée, $c(\text{NaOH}) = 0,10 \text{ mol/l.}^{1)}$

3.10 Acide sulfurique, solution titrée, $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,25 \text{ mol/l.}^{2)}$

3.11 Acide sulfurique, solution titrée, $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,10 \text{ mol/l.}^{3)}$

3.12 Acide sulfurique, solution titrée, $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,05 \text{ mol/l.}^{1)}$

3.13 Indicateur, solution.

Utiliser soit la solution de rouge de méthyle voilé (3.13.1), soit la solution de rouge de méthyle (3.13.2).

3.13.1 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.

3.13.2 Rouge de méthyle, solution éthanolique.

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

3.14 Papier indicateur de pH, large gamme.

1) Jusqu'à présent désignée « solution titrée 0,10 N ».

2) Jusqu'à présent désignée « solution titrée 0,50 N ».

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

4 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

4.1 Appareil de minéralisation, comprenant un ballon de Kjeldahl de 800 ml muni d'un bouchon en verre creux piriforme.

4.2 Appareil de distillation.

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

Les joints sphériques 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.

4.2.1 Ballon.

Soit le ballon de Kjeldahl de l'appareil (4.1), soit un ballon à fond rond de 1 000 ml peut être utilisé.

4.2.2 Ampoule de garde et à côté ampoule à introduire, de capacité 100 ml, munie d'un tube à écoulement à son extrémité.

4.2.3 Réfrigérant d'Allihn, à sept boules (ou réfrigérant de même efficacité), comportant, à la sortie, un réservoir d'expansion, d'environ 100 ml de capacité, suivi d'un tube à écoulement.

4.2.4 Récipient: fiole conique ou bécher, de 500 ml de capacité.

4.3 Granulés régulateurs d'ébullition ou dispositif régulateur d'ébullition, constitué par un tube en verre de 100 mm de longueur et de 5 mm de diamètre, relié à un tube en polyéthylène de 25 mm de longueur.

4.4 Deux burettes, de 50 ml de capacité conformes aux spécifications de l'ISO 385/1, classe A.

4.5 Billes en verre, de 2 à 3 mm de diamètre.

5 Mode opératoire

5.1 Prise d'essai

Peser, à 0,001 g près, entre 0,5 et 2,0 g de l'échantillon pour essai ne contenant pas plus de 60 mg d'azote nitrique et 235 mg d'azote total.

NOTE — La préparation des échantillons pour essai des engrais fera l'objet d'une Norme internationale ultérieure.

5.2 Dosage

5.2.1 Réduction (cette phase n'est pas utile en absence d'azote nitrique)

Introduire la prise d'essai (5.1) dans le ballon de l'appareil (4.1) et ajouter suffisamment d'eau pour atteindre un volume total de 35 ml. Laisser reposer le ballon durant 10 min, en agitant doucement de temps à autre pour assurer la mise en solution complète des nitrates.

Ajouter 1,2 g du chrome en poudre (3.1) et 7 ml de l'acide chlorhydrique (3.7). Laisser reposer le ballon à la température ambiante durant au moins 5 min, mais pas plus de 10 min.

Placer le ballon sous une hotte sur un appareil de chauffage dont l'apport de chaleur est réglé de façon à porter le témoin à l'ébullition en 7 à 7,5 min¹⁾, et le chauffer durant 4,5 min. Éloigner de la source de chaleur et laisser refroidir.

5.2.2 Hydrolyse [cette phase peut remplacer la phase de minéralisation (5.2.3) si les seules formes organiques de l'engrais sont l'urée et la cyanamide]

Placer le ballon sous une hotte et ajouter 1,5 g du trioxyde d'aluminium fondu (3.2). Ajouter, avec précaution, 25 ml de l'acide sulfurique (3.6). Insérer le bouchon en verre piriforme dans le col du ballon, placer sur un appareil de chauffage et chauffer d'abord jusqu'à douce ébullition. Régler ensuite l'apport de chaleur de façon à porter le témoin à l'ébullition en 7 à 7,5 min.¹⁾

Poursuivre le chauffage du ballon et de son contenu jusqu'à dégagement abondant de fumées blanches d'acide sulfurique durant au moins 15 min. Laisser refroidir le ballon à la température ambiante et ajouter, avec précaution, 250 ml d'eau. Laisser refroidir le ballon

5.2.3 Minéralisation [cette phase est seulement nécessaire si l'engrais contient des formes organiques d'azote autres que uréiques ou cyanamidiques (voir 5.2.2) ou dans le cas d'engrais de composition inconnue]

Placer le ballon sous une hotte et ajouter 22 g du catalyseur solide de minéralisation (3.5) et 1,5 g du trioxyde d'aluminium fondu (3.2). Ajouter, avec précaution, 30 ml de l'acide sulfurique (3.6), 0,5 g de l'agent antimousse (3.3) afin de réduire la formation de mousse. Insérer le bouchon en verre piriforme dans le col du ballon et placer sur un appareil de chauffage dont l'apport de chaleur est réglé de façon à porter le témoin à l'ébullition en 7 à 7,5 min.¹⁾

Si une importante formation de mousse survient, réduire l'apport de chaleur jusqu'à ce que cette formation cesse. Poursuivre le chauffage du ballon et de son contenu jusqu'à dégagement abondant de fumées blanches du col du ballon. Agiter doucement le ballon et poursuivre la minéralisation durant encore 60 min ou jusqu'à ce que la solution soit limpide selon la plus longue des deux étapes. Laisser refroidir le ballon à la température ambiante et ajouter, avec précaution, 250 ml d'eau. Laisser refroidir le ballon

1) L'apport de chaleur est celui qui est nécessaire pour porter à l'ébullition 250 ml d'eau à 25 °C en 7 à 7,5 min.

5.2.4 Distillation

Si l'on préfère distiller dans un ballon à fond rond, y transférer quantitativement la prise d'essai (5.1), ou la solution hydrolysée (5.2.2) ou minéralisée (5.2.3). Dans le cas contraire, placer la prise d'essai (5.1), ou garder la solution, dans le ballon de Kjeldahl.

Introduire les granulés ou le dispositif régulateur d'ébullition (4.3), le tube en polyéthylène étant en contact avec le fond du ballon, et ajouter quelques billes en verre (4.5). Assembler l'appareil comme le montre la figure.

Introduire, dans le récipient (4.2.4), selon la masse présumée d'azote dans la prise d'essai, le volume approprié de l'une des solutions titrées d'acide sulfurique (3.10, 3.11 ou 3.12), indiqué dans le tableau.

Tableau

Masse présumée d'azote dans la prise d'essai	Concentration de la solution d'acide sulfurique	Volume de la solution d'acide sulfurique
mg	mol/l	ml
0 à 30	0,05 (solution 3.12)	25,0
30 à 50		40,0
50 à 65		50,0
65 à 80	0,10 (solution 3.11)	35,0
80 à 100		40,0
100 à 125		50,0
125 à 170	0,25 (solution 3.10)	25,0
170 à 200		30,0
200 à 235		35,0

Ajouter 4 ou 5 gouttes de la solution d'indicateur (3.13) et placer le récipient de façon que l'extrémité du tube à écoulement soit au-dessous de la surface de l'acide, en ajoutant de l'eau si nécessaire au contenu de la fiole réceptrice.

Verser au moins 120 ml de la solution d'hydroxyde de sodium (3.8), ou 20 ml s'il n'y a eu ni hydrolyse (5.2.2), ni minéralisation (5.2.3), dans l'ampoule à introduire et ajouter, avec précaution, cette solution au contenu du ballon de distillation. Fermer le robinet, en laissant environ 2 ml de solution dans l'ampoule à introduire. Porter le contenu du ballon à l'ébullition en augmentant progressivement le régime de chauffe jusqu'à ce qu'enfin, le contenu du ballon ait atteint une intense ébullition. Le contenu du ballon doit rester alcalin pendant toute la durée de la distillation.

Lorsqu'au moins 150 ml de distillat ont été recueillis, retirer partiellement le récipient jusqu'à ce que le tube à écoulement se trouve sur son rebord. S'assurer, à l'aide du papier indicateur de pH (3.14), que l'ammoniac est complètement distillé sur le distillat qui s'écoule. Retirer la source de chaleur.

Détacher l'ampoule de garde du réfrigérant et laver l'intérieur du réfrigérant et du réservoir d'expansion avec de l'eau, en recueillant les eaux de lavage dans le récipient. Rincer aussi à l'eau l'extérieur du tube à écoulement, en recueillant les eaux de rinçage dans le récipient.

5.2.5 Titration

Titre en retour l'excès d'acide avec la solution d'hydroxyde de sodium (3.9) jusqu'à coloration neutre de l'indicateur.

5.3 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 prise d'essai et en utilisant la solution titrée d'acide sulfurique à 0,05 mol/l (3.12).

Le résultat de l'essai à blanc ne doit pas dépasser 1,0 ml de solution titrée. S'il est supérieur à 1,0 ml, vérifier les réactifs et, plus spécialement, le chrome en poudre (3.1).

5.4 Essai de contrôle

Exécuter une vérification périodique de l'efficacité de l'appareillage et de la précision de la méthode en employant une partie aliquote d'une solution de nitrate d'ammonium fraîchement préparée (3.4) contenant 100 mg d'azote. Le contrôle doit être effectué dans les mêmes conditions que pour le dosage et l'essai à blanc et en utilisant le même indicateur.

6 Expression des résultats

6.1 Mode de calcul

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

- a) si la solution d'acide sulfurique à 0,05 mol/l (3.12) a été utilisée :

$$\frac{[(V_1 - V_2) - (V_3 - V_4)] \times 0,140}{m}$$

- b) si la solution d'acide sulfurique à 0,10 mol/l (3.11) a été utilisée :

$$\frac{[(2 V_1 - V_2) - (V_3 - V_4)] \times 0,140}{m}$$

- c) si la solution d'acide sulfurique à 0,25 mol/l (3.10) a été utilisée :

$$\frac{[(5 V_1 - V_2) - (V_3 - V_4)] \times 0,140}{m}$$

où

V_1 est le volume, en millilitres, de la solution d'acide sulfurique (3.10, 3.11 ou 3.12, selon le cas), utilisé pour le dosage ;

V_2 est le volume, en millilitres, de la solution d'hydroxyde de sodium (3.9), utilisé pour le dosage ;

V_3 est le volume, en millilitres, de la solution d'acide sulfurique (3.12), utilisé pour l'essai à blanc ;

V_4 est le volume, en millilitres, de la solution d'hydroxyde de sodium (3.9), utilisé pour l'essai à blanc ;

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai (5.1).

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

6.2 Fidélité

Les données de fidélité ont été analysées statistiquement au cours d'un essai interlaboratoire auquel participaient 19 laboratoires et à 3 niveaux. Aucune relation statistique entre la répétabilité (r) ou la reproductibilité (R) et la valeur moyenne des teneurs en azote total des échantillons n'a été obtenue.

6.2.1 Répétabilité, r

La différence entre deux résultats individuels, obtenus simultanément ou dans un court intervalle de temps par le même opérateur, utilisant le même appareillage, sur le même matériau d'essai, dans les mêmes conditions opératoires, ne doit pas dépasser 0,36 % (m/m) de teneur, exprimée en azote (N), à un niveau de confiance de 95 %.

6.2.2 Reproductibilité, R

La différence entre deux résultats individuels et indépendants, obtenus par différents opérateurs dans des laboratoires différents, sur le même matériau d'essai, ne doit pas dépasser 1,3 % (m/m) de teneur, exprimée en azote (N), à un niveau de confiance de 95 %.

7 Procès-verbal d'essai

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

- a) référence de la méthode utilisée, c'est-à-dire ISO 5315 ;
- b) résultats et mode d'expression employé ;
- 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.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 5315:1984

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/82e4fd61-f436-4f38-b72e-16dc98a60a48/iso-5315-1984>

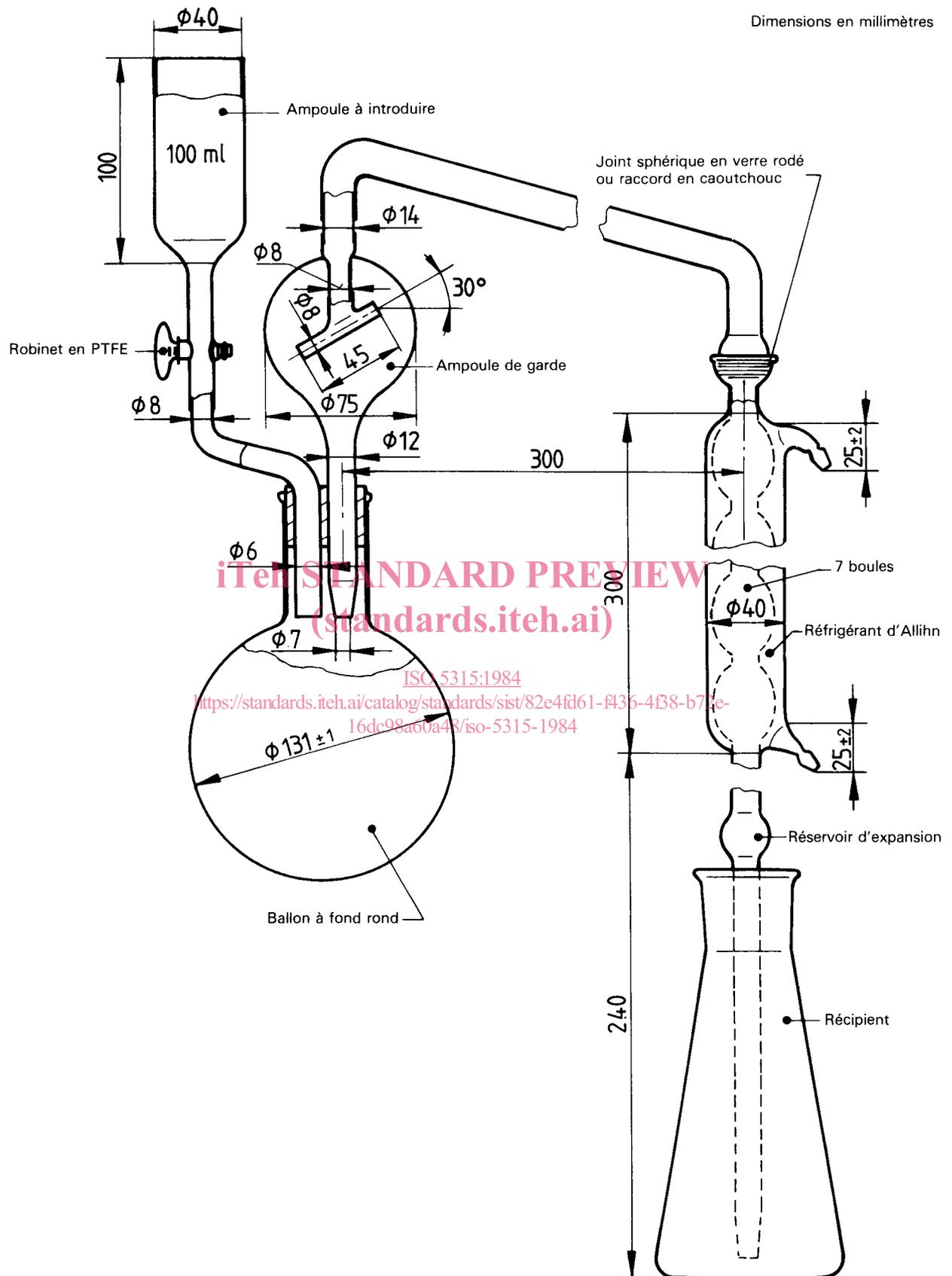


Figure — Exemple d'appareil de distillation (cas de l'emploi d'un ballon à fond rond)

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 5315:1984

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/82e4fd61-f436-4f38-b72e-16dc98a60a48/iso-5315-1984>