
Norme internationale



6192

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

Oléfines légères à usage industriel — Dosage de l'ammoniac — Méthode photométrique

Light olefins for industrial use — Determination of ammonia — Photometric method

Première édition — 1981-05-01

ITEH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 6192:1981](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/83163d40-6f7a-41ab-91dc-ef7150626f0d/iso-6192-1981)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/83163d40-6f7a-41ab-91dc-ef7150626f0d/iso-6192-1981>

CDU 661.715.3 : 543.42 : 546.171.1

Réf. n° : ISO 6192-1981 (F)

Descripteurs : hydrocarbure oléfinique, analyse chimique, dosage, ammoniac, photométrie.

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 6192 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 47, *Chimie*, et a été soumise aux comités membres en août 1979.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Les comités membres des pays suivant l'ont approuvée :

[ISO 6192:1981](#)

Afrique du Sud, Rép. de	Égypte, Rép. arabe d'	Pologne
Allemagne, R.F.	France	Portugal
Australie	Hongrie	Roumanie
Autriche	Inde	Royaume-Uni
Belgique	Italie	Suisse
Brésil	Jamahiriya arabe libyenne	Tchécoslovaquie
Chili	Pays-Bas	Thaïlande
Chine	Philippines	

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

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

Oléfines légères à usage industriel — Dosage de l'ammoniac — Méthode photométrique

AVERTISSEMENT — Les opérations prescrites dans la présente Norme internationale doivent être effectuées sous une hotte bien ventilée et dans un endroit exempt de flamme (manipulations de gaz combustibles et explosibles dans l'air).

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode photométrique de dosage de l'ammoniac dans les oléfines légères à usage industriel, notamment dans l'éthylène (éthène), le propylène (propène) et le butadiène (butadiène-1,3).

La méthode est applicable aux produits dont les teneurs en ammoniac (NH_3) sont supérieures à 0,25 mg/kg.

Elle n'est pas applicable au butadiène inhibé au TBC (*tert*-butyl-catéchol) dont la coloration rouge interfère avec la coloration bleue de l'indophénol.

2 Principe

Absorption de l'ammoniac provenant d'un échantillon gazeux, dans un milieu sulfurique, avec formation de sulfate d'ammonium.

Passage d'un courant d'azote dans le liquide d'absorption pour éliminer le sulfure d'hydrogène qui interférerait.

Formation en milieu alcalin d'un composé du type indophénol par réaction des ions ammonium avec du phénol et de l'hypochlorite en présence de pentacyanonitrosylferrate(III) de sodium comme catalyseur. Mesurage photométrique de la coloration bleue obtenue, à une longueur d'onde aux environs de 625 nm.

3 Réactifs et produits

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.

3.1 Azote.

3.2 Acide sulfurique, solution à 0,05 g/l environ.

3.3 Hydroxyde de sodium, solution à 40 g/l environ.

3.4 Hypochlorite de sodium, solution alcaline.

Dissoudre 2,5 g d'hydroxyde de sodium dans de l'eau, ajouter 4,2 ml d'une solution d'hypochlorite de sodium (NaOCl) contenant 5 % de chlore actif, et diluer à 500 ml avec de l'eau.

Conserver la solution dans un flacon en verre sombre. Elle reste stable durant 2 mois.

3.5 Phénol et pentacyanonitrosylferrate(III) de sodium, solution.

Dissoudre 5,0 g de phénol ($\text{C}_6\text{H}_5\text{OH}$) et 0,050 g de pentacyanonitrosylferrate(III) de sodium dihydraté (nitroprussiate de sodium) [$\text{Na}_2\text{Fe}(\text{CN})_5\text{NO}\cdot 2\text{H}_2\text{O}$] dans 500 ml d'eau.

Conserver cette solution dans un flacon en plastique coloré. Elle reste stable durant 2 mois.

3.6 Ammoniac, solution étalon correspondant à 50 mg de NH_3 par litre.

Peser, à 0,000 1 g près, 0,157 0 g de chlorure d'ammonium (NH_4Cl), l'introduire quantitativement dans une fiole jaugée de 1 000 ml, le dissoudre dans de l'eau, compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 50 μg de NH_3 .

3.7 Ammoniac, solution étalon correspondant à 2,0 mg de NH_3 par litre.

Introduire 20,0 ml de la solution étalon d'ammoniac (3.6) dans une fiole jaugée de 500 ml, compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 2,0 μg de NH_3 .

Préparer cette solution au moment de l'emploi.

4 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

4.1 Spectrophotomètre, muni de cuves de 20 mm d'épaisseur, ou

4.2 Photomètre, équipé de filtres assurant une transmission maximale à une longueur d'onde comprise entre 600 et 660 nm, muni de cuves de 20 mm d'épaisseur.

Si nécessaire, on peut éventuellement utiliser des cuves d'épaisseur différente et adapter la masse de la prise d'essai.

4.3 Deux flacons d'absorption, montés en série (voir la figure), de capacité 100 ml, avec plaque en verre fritté de la série P 100 (dimensions des pores comprises entre 40 et 100 μm).

4.4 Compteur à gaz, 1 litre par révolution.

4.5 Bain d'eau, réglable à 37 ± 1 °C.

5 Échantillonnage

L'échantillonnage de l'éthylène, du propylène et du butadiène fera l'objet d'une Norme internationale ultérieure.

Prélever des échantillons de 10 à 50 g dans des bouteilles d'échantillonnage en acier inoxydable approprié et en analyser le contenu le plus rapidement possible.

6 Mode opératoire

6.1 Préparation de la courbe d'étalonnage

La courbe d'étalonnage doit être préparée chaque fois qu'une nouvelle solution de phénol et de nitroprussiate de sodium (3.5) et/ou une nouvelle solution d'hypochlorite de sodium (3.4) est préparée.

6.1.1 Préparation des solutions témoins, se rapportant à des mesurages photométriques effectués en cuves de 20 mm d'épaisseur

Dans une série de six fioles jaugées de 50 ml, introduire 1 ml de la solution d'hydroxyde de sodium (3.3) et les volumes de la solution étalon d'ammoniac (3.7) indiqués dans le tableau suivant.

Solution étalon d'ammoniac (3.7)	Masse correspondante d'ammoniac
ml	μg
0*	0
0,50	1,0
1,00	2,0
2,00	4,0
5,00	10,0
10,00	20,0

* Solution de compensation.

Dans chaque fiole, introduire 5,0 ml de la solution de phénol et de nitroprussiate de sodium (3.5) et agiter. Ajouter 5,0 ml de la solution d'hypochlorite de sodium (3.4) et agiter à nouveau. Compléter au volume et homogénéiser.

Placer les fioles sur le bain d'eau (4.5) réglé à 37 ± 1 °C et les y laisser séjourner durant 20 min. Laisser refroidir à la température ambiante durant 40 min environ.

6.1.2 Mesurages photométriques

Mesurer les absorbances des solutions témoins (6.1.1) dans des cuves de 20 mm d'épaisseur, à l'aide du spectrophotomètre (4.1) réglé au maximum de la courbe d'absorption (longueur d'onde aux environs de 625 nm), ou à l'aide du photomètre (4.2) équipé de filtres appropriés, après avoir ajusté l'appareil, dans chaque cas, au zéro d'absorbance par rapport à la solution de compensation.

6.1.3 Tracé de la courbe d'étalonnage

Tracer un graphique en portant, par exemple, sur l'axe des abscisses, les masses d'ammoniac, exprimées en microgrammes par 50 ml de solution témoin, et, sur l'axe des ordonnées, les valeurs correspondantes des absorbances.

6.2 Dosage

6.2.1 Absorption

Introduire 30 ml de la solution d'acide sulfurique (3.2) dans chacun des deux flacons d'absorption (4.3) et assembler les différentes parties de l'appareillage dans l'ordre suivant :

- flacons d'absorption;
- compteur à gaz (4.4).

Déterminer, à 0,1 g près, la masse de la bouteille d'échantillonnage contenant l'échantillon et raccorder la phase gazeuse de la bouteille au premier flacon d'absorption. Faire passer le gaz dans l'appareillage à un débit de 30 à 40 l/h jusqu'à ce que la bouteille d'échantillonnage soit vide. Repeser la bouteille vide à 0,1 g près.

Faire barboter un courant de l'azote (3.1) dans le liquide d'absorption des deux flacons pour chasser le sulfure d'hydrogène éventuellement dissous.

6.2.2 Préparation de la solution de mesure

Transvaser quantitativement le contenu des deux flacons d'absorption dans une fiole jaugée de 100 ml, y introduire 2 ml de la solution d'hydroxyde de sodium (3.3), compléter au volume et homogénéiser. Prélever une partie aliquote (1 à 40 ml) de cette solution de façon qu'elle contienne 1 à 20 μg de NH_3 , et l'introduire dans une autre fiole jaugée de 50 ml.

Ajouter, dans la fiole, 5,0 ml de la solution de phénol et de nitroprussiate de sodium (3.5) et agiter. Ajouter 5,0 ml de la solution d'hypochlorite de sodium (3.4) et agiter à nouveau. Compléter au volume et homogénéiser.

Placer la fiole sur le bain d'eau (4.5) réglé à 37 ± 1 °C et l'y laisser séjourner durant 20 min, puis laisser refroidir à la température ambiante.

6.2.3 Mesurage photométrique

Effectuer le mesurage photométrique sur la solution de mesure (6.2.2) en suivant les modalités spécifiées en 6.1.2, après avoir ajusté l'appareil au zéro d'absorbance par rapport à la solution de l'essai à blanc (6.3).

6.3 Essai à blanc

Introduire 60 ml de la solution d'acide sulfurique (3.2) dans une fiole jaugée de 100 ml et compléter au volume.

Prélever un volume de cette solution égal à celui de la partie aliquote prélevée pour la préparation de la solution de mesure, et l'introduire dans une fiole jaugée de 50 ml. Poursuivre comme spécifié en 6.2.2, à partir de «Ajouter, dans la fiole...».

7 Expression des résultats

Au moyen de la courbe d'étalonnage (6.1.3), déterminer la masse m_1 , en microgrammes, d'ammoniac (NH_3) correspondant à la valeur de l'absorbance de la solution de mesure.

La teneur en ammoniac, exprimée en milligrammes de NH_3 par kilogramme, est donnée par la formule

$$\frac{m_1 \times 100}{V \times m_0}$$

où

m_0 est la masse, en grammes, de l'échantillon (6.2.1) prélevé pour l'absorption;

m_1 est la masse, en microgrammes, d'ammoniac dans 50 ml de la solution de mesure;

V est le volume, en millilitres, de la partie aliquote du liquide traité (6.2.2).

8 Procès-verbal d'essai

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

- identification de l'échantillon;
- référence de la méthode utilisée;
- résultats, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;
- 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.

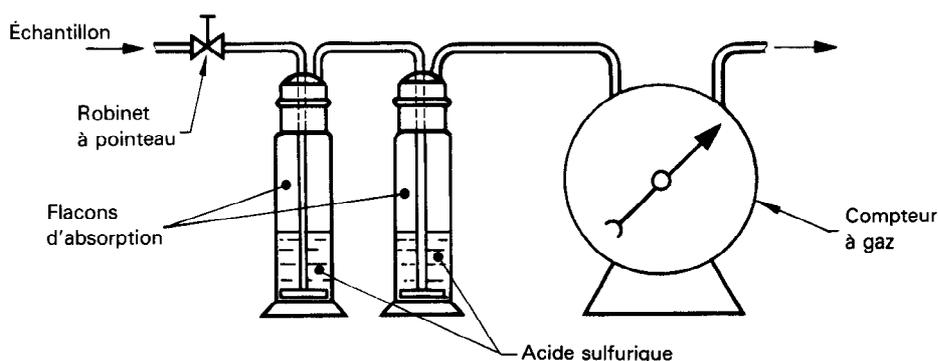


Figure — Appareil d'absorption

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6192:1981

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/83163d40-6f7a-41ab-91dc-ef7150626f0d/iso-6192-1981>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6192:1981

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/83163d40-6f7a-41ab-91dc-ef7150626f0d/iso-6192-1981>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6192:1981

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/83163d40-6f7a-41ab-91dc-ef7150626f0d/iso-6192-1981>