

NORME INTERNATIONALE

ISO
6851

Première édition
1987-12-01



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

Photographie — Effluents de traitements — Détermination de l'azote amino total — Méthode de microdiffusion Kjeldahl

iTeh STANDARD PREVIEW

*Photography — Processing waste — Determination of total amino nitrogen — Microdiffusion
Kjeldahl method*

(standards.iteh.ai)

[ISO 6851:1987](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9159bb31-1f4b-41f9-95f1-c0652be5a8e4/iso-6851-1987)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9159bb31-1f4b-41f9-95f1-
c0652be5a8e4/iso-6851-1987](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9159bb31-1f4b-41f9-95f1-c0652be5a8e4/iso-6851-1987)

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 normalement confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. 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. Les Normes internationales sont approuvées conformément aux procédures de l'ISO qui requièrent l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 6851 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 42 (standard.iteh.ai) **Photographie.**

L'attention des utilisateurs est attirée sur le fait que toutes les Normes internationales sont de temps en temps soumises à révision et que toute référence faite à une autre Norme internationale dans le présent document implique qu'il s'agit, sauf indication contraire, de la dernière édition.

Photographie — Effluents de traitements — Détermination de l'azote amino total — Méthode de microdiffusion Kjeldahl

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode pour la détermination de l'azote organique total ou de tout azote ammoniacal présent dans les effluents photographiques par la méthode de Kjeldahl. Cet azote aminé est converti en ammoniac lequel est ensuite déterminé par absorption dans l'acide borique dans une cellule à microdiffusion, en même temps que l'ammoniac présent originellement.

2 Domaine d'application

L'azote total par Kjeldahl peut être déterminé dans les effluents de traitement photographique dans le domaine 10 à 20 mg/l exprimés en ammoniac ou dans le domaine 8 à 160 mg/l exprimés en azote. Si l'azote ammoniacal (voir ISO 6853) est déterminé séparément et soustrait, la teneur en azote organique aminé peut être déduite.

3 Références

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

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

ISO 5667, *Qualité de l'eau — Échantillonnage —*

Partie 1: Guide général pour l'établissement des programmes d'échantillonnage.

Partie 2: Guide général sur les techniques d'échantillonnage.

Partie 3: Guide général pour la conservation et la manipulation des échantillons.

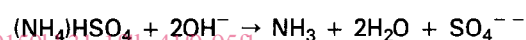
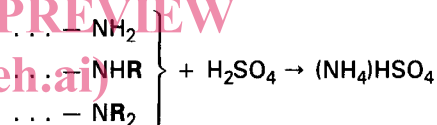
ISO 6853, *Photographie — Effluents de traitements — Détermination de la teneur en azote ammoniacal — Méthode par microdiffusion.*

4 Principe

En présence d'acide sulfurique, de sulfate de potassium et sulfate mercurique comme catalyseur, l'azote amino de la plupart des substances organiques est converti en hydrogénosulfate d'ammonium. L'ammoniac est libéré ensuite par traitement

avec une base adéquate et absorbé dans une solution d'acide borique. La libération et l'absorption de l'ammoniac sont effectuées dans une cellule de microdiffusion. L'ammoniac absorbé dans l'acide borique est ensuite déterminé par titrage avec de l'acide sulfurique étalon.

5 Réactions



6 Réactifs

Les réactifs seront manipulés conformément aux recommandations d'hygiène et sécurité comme indiqué sur les flacons ou donné dans des sources d'informations analogues; le rejet des réactifs devra être conforme aux règlements d'environnement en vigueur.

ATTENTION

— L'acide sulfurique, l'hydroxyde de potassium sont nocifs et causent des brûlures. Éviter tout contact avec les yeux, la peau et les vêtements.

— L'oxyde de mercure(II) peut être mortel en cas d'ingestion. Dangereux par inhalation.

— Le méthanol est inflammable. Ne pas approcher de sources de chaleur, étincelles et flammes nues. Dangereux en cas d'ingestion.

Les réactifs utilisés dans les tests doivent être certifiés purs pour analyse, ou de pureté acceptable pour l'analyse. Les acides et la solution ammoniacale indiqués ne seront pas dilués à moins que la dilution ne soit précisée. La dilution est exprimée en concentration de quantité de matière quand l'étalonnage est demandé.

Utiliser dans tous les cas de l'eau distillée, ou de l'eau au moins de pureté équivalente.

6.1 Solution acidifiée de sulfate de mercure(II)/sulfate de potassium, $c(\text{HgO}) = 2 \text{ g/l}$, $c(\text{K}_2\text{SO}_4) = 134 \text{ g/l}$.

Peser $134 \pm 0,1 \text{ g}$ de sulfate de potassium (K_2SO_4) et les transférer quantitativement dans une fiole jaugée de 1 000 ml correspondant à la classe A de l'ISO 1042. Ajouter environ 650 ml d'eau et dissoudre. Ajouter avec précaution 200 ml d'acide sulfurique concentré à l'aide d'une éprouvette graduée, puis mélanger. Peser $2 \pm 0,1 \text{ g}$ d'oxyde de mercure(II) rouge (HgO) et les dissoudre dans 25 ml d'acide sulfurique à 3 mol/l contenus dans un bécher. Verser cette solution dans la solution acide de sulfate de potassium puis rincer le bécher dans la fiole jaugée. Après refroidissement ajuster au volume et mélanger correctement. Conserver cette solution à une température supérieure à $14 \text{ }^\circ\text{C}$ pour éviter la cristallisation.

L'acide sulfurique à 3 mol/l est préparé en ajoutant avec précaution 170 ml d'acide sulfurique concentré (18 mol/l) à 500 ml d'eau contenus dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Cette solution est agitée, refroidie et ajustée à 1 000 ml avec de l'eau.

6.2 Solution de métaborate de potassium 514 g/l.

Peser $673 \pm 0,1 \text{ g}$ de tétraborate de potassium ($\text{K}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) et dissoudre dans 550 ml d'eau dans un bécher de 1 000 ml. Peser ensuite $247 \pm 0,1 \text{ g}$ de hydroxyde de potassium (KOH), et les dissoudre dans la solution de tétraborate. Faire bouillir sur une plaque chauffante pendant 5 min, refroidir, et ajouter 5 ml d'une solution aqueuse à 10 % de nonylphénoxy poly (6-10) éthylène oxyde (NPPPO) ou d'un tensioactif similaire¹⁾. Verser dans une fiole jaugée de 1 000 ml en rinçant le bécher dans la fiole plusieurs fois. Après refroidissement, diluer au volume et agiter vigoureusement. À noter que le tensioactif se sépare au repos et qu'il est donc nécessaire d'agiter avant chaque utilisation.

6.3 Solution absorbante d'acide borique.

Verser environ 800 ml d'eau dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Agiter à l'aide d'un agitateur magnétique et ajouter successivement 2 à 3 mg de xylène cyanole FF, pesé au mg près, puis 0,5 ml de NPPPO et enfin 5,0 ml de solution de rouge de méthyle préparée en dissolvant 0,125 g de rouge de méthyle dans 250 ml de méthanol. Ajouter $6 \pm 0,1 \text{ g}$ d'acide borique (H_3BO_3) en laissant sous agitation jusqu'à dissolution complète de tous les constituants. Diluer jusqu'à environ 15 ml du trait de jauge et mélanger. Mettre 1,5 ml de cette solution au centre de la cellule de microdiffusion et observer la couleur.

Si la couleur est rose, ajouter juste la quantité suffisante de solution d'hydroxyde de sodium à 0,1 mol/l dans la fiole jaugée de 1 000 ml pour observer une couleur neutre sur 1 ml de solution dans la cellule de microdiffusion.

Vérifier qu'il n'y a pas d'excès d'hydroxyde de sodium en observant que l'ajout de 0,10 ml d'acide sulfurique à 0,002 50 mol/l (6.4) à 1 ml de solution dans la cellule de microdiffusion fait virer à la teinte rose. Il est à noter que la solution dans la fiole de 1 000 ml apparaîtra rouge, même quand 1 ml dans la microdiffusion apparaît neutre.

6.4 Solution d'acide sulfurique, $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,002 50 \text{ mol/l}$.

Pipetter 50,0 ml d'acide sulfurique standard à 0,050 00 mol/l dans une fiole jaugée de 1 000 ml et diluer au volume avec de l'eau.

6.5 Solution de nettoyage pour les cellules de microdiffusion.

6.5.1 Solution de nettoyage A

À l'aide d'une éprouvette graduée, verser environ 750 ml d'eau et environ 750 ml d'acide sulfurique à 0,5 mol/l dans un bécher de 2 000 ml et agiter. Continuer d'agiter et ajouter 2 à 3 ml d'un détergent liquide à vaisselle et 1 ml de solution de rouge de méthyle.

6.5.2 Solution de nettoyage B

Verser dans un bécher de 2 000 ml environ, 1 500 ml d'eau et 2 à 3 ml de détergent, puis agiter. Ajouter 10 ml d'hydroxyde de sodium à 1,0 mol/l, puis, sous agitation suffisamment de solution de rouge de méthyle pour produire une couleur jaune.

6.5.3 Solution de nettoyage C

Verser dans un bécher de 2 000 ml environ 1 500 ml d'eau et environ 5 ml de détergent, puis agiter. Continuer d'agiter et ajouter 10 ml d'acide sulfurique à 0,05 mol/l et suffisamment de rouge de méthyle pour produire une coloration rose.

6.6 Échantillon étalon d'azote (pour vérifier la technique de libération d'ammoniac).

Sécher du chlorure d'ammonium pendant 2 h dans un four à $100 \text{ }^\circ\text{C}$ et laisser refroidir en dessiccateur avant de peser. Peser $3,819 \pm 0,001 \text{ g}$ de ce chlorure d'ammonium et transférer quantitativement dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Dissoudre dans l'eau et diluer au volume. Cette solution mère équivaut à 0,071 4 mol d'azote par litre (1,00 mg/ml) et est stable au moins 3 mois.

Pipetter 10 ml de cette solution mère dans une fiole jaugée de 100 ml et diluer au trait de jauge par de l'eau. Cette solution étalon est équivalente à 0,007 14 mol d'azote par litre (100 mg/l).

De la même façon, préparer une solution étalon équivalente à 0,001 428 mol d'azote par litre (200 mg/l), en pipettant 2,00 ml de solution mère dans une fiole jaugée de 100 ml et en diluant par de l'eau.

7 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

7.1 Rampe de digestion Kjeldahl.

1) Détergent non ionique avec complément lipophile hydrophile dans la gamme 13 à 14.

- 7.2 Matras de Kjeldahl**, d'une capacité de 100 ml.
- 7.3 Grosse pipette**, pouvant délivrer 4,00 ml.
- 7.4 Billes de verre**, diamètre 4 mm.
- 7.5 Fiole jaugée**, de 25 ml avec bouchon de verre approprié, conforme à l'ISO 1042.
- 7.6 Cellule de microdiffusion Obrink**, de 83 mm.
- 7.7 Micropipette**, d'une capacité de 0,500 ml, conforme à l'ISO 648.
- 7.8 Pipette à piston**, d'une capacité de 1,00 ml.
- 7.9 Microburette à piston**.
- 7.10 Seringue**, pour délivrer 1,50 ml.
- 7.11 Barreau magnétique revêtu de polytétrafluoroéthylène**, 7 mm × Ø2 mm.

8 Mode opératoire

Les échantillons doivent être pris et conservés conformément à l'ISO 5667.

8.1 Digestion de l'échantillon

S'assurer que le conduit d'évacuation de fumées de la rampe est relié à une trompe à eau avec de l'eau en circulation lorsque l'appareil est utilisé. Ouvrir complètement le robinet d'aspiration. Pipetter 25 ml d'échantillon dans un matras Kjeldahl de 100 ml (7.2) et ajouter à l'aide de la grosse pipette (7.3) 4,00 ml de solution acide de sulfate mercurique/sulfate de potassium (6.1). Ajouter deux billes de verre (7.4), bien mélanger, et disposer le matras sur la rampe de digestion (7.1) en s'assurant que le col est correctement positionné dans le conduit d'évacuation. Minéraliser à température assez haute jusqu'à extraction de toute l'eau et continuer la digestion pendant au moins 30 min après le début de dégagement de SO_3 . Si après traitement le résidu est coloré, continuer jusqu'à disparition de la couleur, puis laisser 20 min supplémentaires. Toute éclaboussure sur les parois ou le col doit être éliminée en secouant la fiole (7.5). Lorsque la digestion est complète, laisser refroidir et transférer ensuite quantitativement dans une fiole jaugée de 25 ml (7.5). Ajuster à 25 ml avec de l'eau et boucher. Bien mélanger en inversant la fiole.

8.2 Nettoyage de cellules de microdiffusion et des couvercles

Tremper les cellules et couvercles dans la solution nettoyante A (6.5.1) pendant 1 h, puis enlever et tremper dans la solution nettoyante B (6.5.2) pendant 1 h, puis enlever et tremper dans la solution nettoyante C (6.5.3) pendant 1 h.

Enlever les cellules et couvercles, les secouer aussi bien que possible, les retourner pour les sécher sur un tissu propre.

Ne pas toucher l'intérieur des cellules et couvercles propres.

Si les cellules n'ont pas été nettoyées le jour de l'utilisation, les rincer avec de l'eau distillée et les laisser sécher sur un tissu propre avant utilisation.

8.3 Libération de l'ammoniac des échantillons

À l'aide de la seringue (7.10), ajouter 1,50 ml de solution absorbante d'acide borique (6.3) au centre de la cellule de microdiffusion (7.6). À l'aide de la pipette à piston de 1,00 ml (7.8), ajouter 1,00 ml de la solution de métaborate de potassium à 2,2 mol/l (6.2), dans le compartiment d'étanchéité extérieure et 1,00 ml dans le compartiment échantillon (c'est-à-dire le deuxième compartiment depuis l'extérieur). La solution de métaborate doit être secouée vigoureusement avant prélèvement de façon à homogénéiser le NPPO. Il faut éviter impérativement de projeter toute trace de métaborate dans le compartiment central. Dans ce cas, une coloration verte apparaît et l'échantillon doit être éliminé. Le métaborate doit être déposé sur une partie seulement du compartiment échantillon. Laisser assez de place pour ajouter l'échantillon sans le mélanger au métaborate avant fermeture de la cellule.

À l'aide de la micropipette calibrée de 0,500 ml (7.7), ajouter avec précaution 0,500 ml d'échantillon sur la partie vide du compartiment échantillon. Couvrir immédiatement la cellule et faire tourner le couvercle pour disperser le métaborate et avoir une bonne étanchéité. Avec un mouvement de rotation, mélanger l'échantillon avec le métaborate pendant 30 s, en étant certain que les compartiments échantillon et absorbant restent complètement couverts et que les contenus des deux compartiments ne se mélangent pas. Laisser la cellule au repos pendant 2 h. Des temps de repos plus longs n'introduisent pas d'erreur.

8.4 Titrage

Enlever le couvercle de la cellule avec précaution et placer la cellule sur un agitateur magnétique. Mettre le barreau magnétique (7.11) dans le compartiment central sans éclabousser. À l'aide de la microburette à piston (7.9), titrer la solution dans le compartiment central avec l'acide sulfurique à 0,002 50 mol/l (6.4), jusqu'à virage à coloration rose. Laisser la pointe de burette immergée pendant le titrage. Agiter pendant 15 s environ. Si la couleur vire au vert clair, continuer le titrage jusqu'à ce que la coloration rose se maintienne pendant 15 s au moins. Soit V_1 le volume utilisé pour ce titrage.

8.5 Valeur de blanc et vérification de la courbe d'étalonnage

De la même façon que pour l'échantillon à analyser, effectuer les opérations 8.1, 8.2 et 8.3 sur 0,500 ml d'eau distillée, sur 0,500 ml de l'échantillon étalon d'azote à 0,007 14 mol/l et sur 0,500 ml de l'échantillon étalon d'azote à 0,001 428 mol/l. Soit V_2 le volume utilisé pour le titrage du blanc, V_3 le volume pour l'étalon à 0,007 14 mol/l (100 mg d'azote par litre) et V_4 le volume pour l'étalon à 0,001 428 mol/l (200 mg d'azote par litre).

9 Expression des résultats

9.1 Méthode de calcul

L'azote total Kjeldahl (exprimé en N), en milligrammes par litre, est donné par la formule

$$\frac{72,6 (V_1 - V_2)}{V_s}$$

où

V_1 est le volume, en millilitres, utilisé pour le titrage de l'échantillon;

V_2 est le volume, en millilitres, utilisé pour le titrage du blanc;

V_s est le volume, en millilitres, de l'échantillon pris pour la diffusion.

Si V_s est égal à 0,500 ml la formule devient

$$145 (V_1 - V_2)$$

Si l'échantillon minéralisé (25 ml) doit être dilué, multiplier le résultat ci-dessus par

$$\frac{\text{ml volume final après dilution}}{\text{ml échantillon dilué}}$$

Pour vérifier la justesse, effectuer les mêmes calculs sur les résultats ($V_3 - V_2$) et ($V_4 - V_2$) pour les deux échantillons étalons d'azote. Ceux-ci doivent être effectués pour chaque lot d'échantillons d'effluent ou au moins journallement. La conformité de ces résultats avec les niveaux attendus indique la fiabilité probable des résultats sur des échantillons inconnus.

$$\text{Azote organique total (N)} = \text{azote Kjeldahl total} - \text{azote ammoniacal}$$

9.2 Fidélité

Les limites de confiance à 95 % pour une seule détermination sont supposées être entre 4 et 8 mg d'azote par litre. Le rendement stoechiométrique par la méthode de microdiffusion est d'environ 96 %.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 6851:1987](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9159bb31-1f4b-41f9-95f1-c0652be5a8e4/iso-6851-1987)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9159bb31-1f4b-41f9-95f1-c0652be5a8e4/iso-6851-1987>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6851:1987

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9159bb31-1f4b-41f9-95f1-c0652be5a8e4/iso-6851-1987>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 6851:1987](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9159bb31-1f4b-41f9-95f1-c0652be5a8e4/iso-6851-1987)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9159bb31-1f4b-41f9-95f1-c0652be5a8e4/iso-6851-1987>

CDU 543 : 77.023 : 628.3 : 546.17

Descripteurs : photographie, produit photographique, déchet, analyse chimique, dosage, composé organique d'azote, azote.

Prix basé sur 4 pages
