

# NORME INTERNATIONALE

ISO  
6853

Première édition  
1987-12-01



---

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

---

## **Photographie — Effluents de traitements — Détermination de la teneur en azote ammoniacal — Méthode par microdiffusion**

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
*Photography — Processing waste — Determination of ammoniacal nitrogen content —  
Microdiffusion method*  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO 6853:1987](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9a69ed5e-35f1-4b6b-9a80-cf14c3f07e84/iso-6853-1987>

Numéro de référence  
ISO 6853:1987 (F)

## 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 6853 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 42, *Photographie*.

[ISO 6853:1987](#)

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 la teneur en azote ammoniacal — Méthode par microdiffusion

## 1 Objet

La présente Norme internationale spécifie une méthode pour la détermination de l'ammoniac et d'autres amines volatiles qui peuvent être libérées des effluents de traitements photographiques par une base forte, les résultats étant exprimés en concentration d'azote.

## 2 Domaine d'application

La méthode est applicable pour des teneurs en ammoniac typiques des effluents de traitements photographiques, entre 10 et 200 mg/l de  $\text{NH}_3$  ou 8 à 160 mg/l d'azote. Les autres amines volatiles sont déterminées avec l'ammoniac, mais leurs concentrations dans les effluents photographiques sont généralement très basses. L'azote amino total est déterminé par la méthode de microdiffusion Kjeldahl.

## 3 Références

ISO 648, *Verrerie de laboratoire — Pipettes 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.*

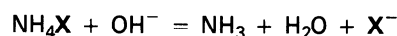
ISO 6851, *Photographie — Effluents de traitements — Détermination de l'azote amino total — Méthode de microdiffusion Kjeldahl.*

## 4 Principe

L'ammoniac est libéré de l'échantillon par traitement avec du métaborate de potassium et absorbé dans l'acide borique. L'ammoniac absorbé est ensuite déterminé par titrage avec une solution étalonée d'acide sulfurique. La libération et l'absorption sont effectuées dans une cellule à microdiffusion. C'est une coupelle couverte possédant des compartiments concentriques pour l'échantillon, le séparateur et la solution absorbante. Lorsque l'échantillon et la métaborate sont mélangés dans le compartiment échantillon, l'ammoniac est dégagé et absorbé dans le compartiment de l'acide borique. Le parcours libre

gazeux de l'échantillon à l'absorbant est suffisamment court pour assurer la distillation à température ambiante dans un temps raisonnable. L'utilisation de coupelles ou de quantités plus grandes, ainsi que toute modification du rapport échantillon sur tampon doivent être évitées car elles changent la vitesse de diffusion de l'ammoniac.

## 5 Réactions



## 6 Réactifs

Les réactifs doivent être manipulés conformément aux recommandations d'hygiène et sécurité comme indiqué sur les récipients ou comme donné dans d'autres sources d'information analogues. L'évacuation des réactifs sera conforme aux règlements relatifs à l'environnement.

### ATTENTION

— **L'hydroxyde de potassium, l'hydroxyde de sodium et l'acide sulfurique sont corrosifs et sont causes de brûlures. Éviter tout contact avec les yeux, la peau et les vêtements.**

— **Le méthanol est inflammable. Ne pas approcher de sources de chaleur, étincelles ou flammes. Utiliser une ventilation adéquate. Dangereux en cas d'ingestion.**

Les réactifs utilisés seront de qualité analytique reconnue ou des produits chimiques de pureté acceptable pour l'analyse. Les acides et la solution d'ammoniac mentionnés ne seront pas dilués, à moins que la dilution ne soit spécifiée. Quand un étalonnage est demandé, la dilution est exprimée en concentration de quantité de matière.

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

### 6.1 Solution de métaborate de potassium, 514 g/l.

Peser  $673 \pm 0,1$  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  $247 \pm 0,1$  g d'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 (NPPO) ou d'un tensioactif similaire<sup>1)</sup>. 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.

## 6.2 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 NPPO et enfin 5 ml de solution de rouge de méthyle préparée en dissolvant 0,125 g de rouge de méthyle dans 250 ml de méthanol. Ajouter  $6 \pm 0,1$  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 (6.3) à 1 ml de solution dans la cellule de microdiffusion fait virer à la teinte rose.

## 6.3 Acide sulfurique, $c(H_2SO_4) = 0,002\ 50$ mol/l.

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

## 6.4 Solution de nettoyage pour les cellules de microdiffusion.

### 6.4.1 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.

### 6.4.2 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.

### 6.4.3 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 environ 10 ml d'acide sulfurique à 0,05 mol/l et suffisamment de rouge de méthyle pour produire une coloration rose.

## 6.5 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 °C et laisser refroidir en dessiccateur avant de peser. Peser  $3,819 \pm 0,001$  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 (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 Cellule de microdiffusion**, 83 mm, en modification d'Obrink.

**7.2 Micropipette**, d'une capacité de 0,500 ml, conforme à l'ISO 648.

**7.3 Pipette à seringue**, d'une capacité de 1,00 ml.

**7.4 Microburette à piston.**

**7.5 Seringue**, pour délivrer 1,50 ml.

**7.6 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 Nettoyage des cellules de microdiffusion et des couvercles

Tremper les cellules et couvercles dans la solution nettoyante A (6.4.1) pendant 1 h, puis enlever et tremper dans la solution nettoyante B (6.4.2) pendant 1 h, puis enlever et tremper dans la solution nettoyante C (6.4.3) 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.

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

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.

## 8.2 Libération d'ammoniac d'échantillons

À l'aide de la seringue (7.5), ajouter 1,50 ml de solution absorbante d'acide borique (6.2) au centre de la cellule de microdiffusion (7.1). À l'aide de la pipette à seringue de 1,00 ml (7.3), ajouter 1,00 ml de la solution de métaborate de potassium à 2,2 mol/l (6.1), 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 (7.2), 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.

## 8.3 Titrage

Enlever le couvercle de la cellule avec précaution et placer la cellule sur un agitateur magnétique. Mettre le barreau magnétique (7.6) dans le compartiment central sans éclabousser. À l'aide de la microburette à piston (7.4), titrer la solution dans le compartiment central avec l'acide sulfurique à 0,002 50 mol/l (6.3), 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.

## 8.4 Valeur de blanc et 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 (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  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9a69ed5e-35f1-4b6b-9a80-cf14c3f07e84/iso-6853-145>  $(V_1 - V_2)$

Pour vérifier la justesse, effectuer des calculs similaires 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 journalièrement. La conformité de ces résultats aux niveaux attendus indique la fiabilité des résultats sur des échantillons inconnus.

### 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 %.

Page blanche

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO 6853:1987](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9a69ed5e-35f1-4b6b-9a80-cf14c3f07e84/iso-6853-1987>

Page blanche

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 6853:1987

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9a69ed5e-35f1-4b6b-9a80-cf14c3f07e84/iso-6853-1987>

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO 6853:1987](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9a69ed5e-35f1-4b6b-9a80-cf14c3f07e84/iso-6853-1987)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9a69ed5e-35f1-4b6b-9a80-cf14c3f07e84/iso-6853-1987>

---

**CDU 543 : 77.023 : 628.3 : 546.171.1**

**Descripteurs** : photographie, produit photographique, déchet, analyse chimique, dosage, azote ammoniacal.

Prix basé sur 3 pages

---