

---

# Norme internationale



# 7105

---

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

---

## Ammoniac anhydre liquéfié à usage industriel — Dosage de l'eau — Méthode de Karl Fischer

*Liquefied anhydrous ammonia for industrial use — Determination of water content — Karl Fischer method*

Première édition — 1985-06-01

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

[ISO 7105:1985](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/71632185-a8e3-42eb-ba45-4e1fd109ddb1/iso-7105-1985)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/71632185-a8e3-42eb-ba45-4e1fd109ddb1/iso-7105-1985>

---

CDU 661.51 : 543.712

Réf. n° : ISO 7105-1985 (F)

**Descripteurs** : produit industriel, composé chimique, ammoniac liquéfié, analyse chimique, dosage, eau, matériel d'essai, méthode de Karl Fischer.

Prix basé sur 4 pages

## 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 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 7105 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 47, *Chimie*.

[ISO 7105:1985](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/71632185-a8e3-42eb-ba45-4e1fd109ddb1/iso-7105-1985)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/71632185-a8e3-42eb-ba45-4e1fd109ddb1/iso-7105-1985>

# Ammoniac anhydre liquéfié à usage industriel — Dosage de l'eau — Méthode de Karl Fischer

**AVERTISSEMENT** — L'ammoniac anhydre liquéfié est un produit extrêmement caustique et toxique, dont la température d'ébullition est de  $-33,3\text{ °C}$  à la pression atmosphérique normale. Son action sur la peau est fortement corrosive, provoquant des brûlures graves et douloureuses. Le contact avec les yeux peut conduire à la cécité.

Ses vapeurs provoquent de fortes irritations des muqueuses et des yeux et une action étouffante sur les voies respiratoires.

Aux concentrations comprises entre 16 et 25 % (V/V), l'ammoniac anhydre à l'état gazeux forme avec l'air des mélanges explosifs.

Le personnel chargé de la manipulation du produit doit être informé de son caractère dangereux et donc des précautions à prendre.

Les opérateurs doivent porter des gants épais et un tablier en caoutchouc, ainsi qu'une protection complète du visage et de la tête, et ils doivent disposer d'un masque de protection des voies respiratoires équipé d'une cartouche pour l'ammoniac.

Les opérations décrites doivent être exécutées uniquement sous une hotte bien ventilée.

Pour de plus amples informations, voir les chapitres appropriés de l'ISO 3165.

## 1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie les modalités d'application de la méthode électrométrique directe de Karl Fischer pour le dosage de l'eau dans l'ammoniac anhydre liquéfié à usage industriel.

La méthode est applicable aux produits dont les teneurs en eau sont supérieures ou égales à 50 mg/kg.

NOTE — Pour des teneurs en eau supérieures à 1 000 mg/kg, il est préférable de diluer le résidu d'évaporation obtenu selon l'ISO 4276 avec du méthanol anhydre et titrer une partie aliquote de la solution diluée.

## 2 Références

ISO 760, *Dosage de l'eau — Méthode de Karl Fischer (Méthode générale)*.

ISO 3165, *Échantillonnage des produits chimiques à usage industriel — Sécurité dans l'échantillonnage*.

ISO 4276, *Ammoniac anhydre à usage industriel — Évaluation du résidu à l'évaporation — Méthode gravimétrique*.

ISO 7103, *Ammoniac anhydre liquéfié à usage industriel — Échantillonnage — Prélèvement d'un échantillon pour laboratoire*.

## 3 Principe

Évaporation d'une prise d'essai en présence d'éthanediol et dosage de l'eau dans le résidu par la méthode électrométrique directe de Karl Fischer.

## 4 Réactifs et produits

Au cours de l'analyse, sauf indications différentes, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

Utiliser les réactifs et produits spécifiés dans l'ISO 760, chapitre 4, et, en outre,

**4.1 Mélange réfrigérant**, constitué par du dioxyde de carbone solide et du méthanol de qualité technique, en proportion telle qu'elle permette d'atteindre une température comprise entre  $-35$  et  $-40\text{ °C}$ .

NOTE — À la place du méthanol, on peut utiliser de l'acétone de qualité technique.

**4.2 Acide sulfurique** ( $\rho$  1,84 g/ml environ), solution à 10 % (m/m) environ.

**4.3 Éthanediol-1,2 (Éthylène glycol)** ( $\text{CH}_2\text{OH}-\text{CH}_2\text{OH}$ ), ayant une teneur maximale en eau de 0,1 % (m/m).

NOTE — L'éthanediol-1,2 étant très hygroscopique, éviter toute absorption d'humidité atmosphérique.

#### 4.4 Méthanol-acide acétique, mélange.

Mélanger 100 ml d'acide acétique cristallisable,  $\rho$  1,05 g/ml environ, avec 900 ml de méthanol ayant une teneur maximale en eau de 0,03 % (m/m).

Préparer le mélange au moment de l'emploi.

#### 4.5 Rouge de méthyle, solution à 1 g/l dans de l'éthanol à 95 % (V/V).

### 5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

#### 5.1 Appareillage spécifié dans l'ISO 760, paragraphe 5.1.

#### 5.2 Appareillage pour le prélèvement de la prise d'essai.

Un appareil type est représenté à la figure et est constitué par les éléments suivants.

**5.2.1 Éprouvette en verre**, de capacité totale 150 ml environ, ayant un trait repère à 100 ml, munie d'un bouchon en verre rodé 24/29 portant une branche avec un robinet à trois voies (3) et une branche latérale permettant de la relier en série à deux fioles coniques (A et B) de capacité 1 000 ml chacune.

Dans l'appareil assemblé, l'éprouvette est donc reliée à deux robinets à trois voies (3 et 4) permettant de la mettre en communication, d'un côté, avec le cylindre contenant l'ammoniac anhydre liquéfié et, de l'autre côté, avec les deux fioles coniques (A et B).

Les robinets sont lubrifiés avec du silicone ou fabriqués en polytétrafluoréthylène (PTFE).

**5.2.2 Vase de Dewar**, capable de contenir l'éprouvette (5.2.1), laissant visible le trait repère.

### 6 Échantillonnage

Suivre les modalités spécifiées dans l'ISO 7103.

### 7 Mode opératoire

**AVERTISSEMENT** — Effectuer toutes les opérations sous une hotte bien ventilée.

#### 7.1 Prise d'essai

Peser, à 0,1 g près, l'ensemble formé par les deux fioles coniques (A et B), contenant chacune 500 ml environ de la solution d'acide sulfurique (4.2) et quelques gouttes de la solution de rouge de méthyle (4.5), munies de leurs tubes de connexion, à partir du point 5 indiqué sur la figure.

Immerger l'éprouvette (5.2.1) débouchée dans le vase de Dewar (5.2.2) rempli aux trois quarts du mélange réfrigérant (4.1), introduire dans l'éprouvette 2 ml de l'éthanediol-1,2 (4.3), mettre en place le bouchon rodé et la relier aux fioles coniques.

Manœuvrer le robinet 3 de manière à isoler l'éprouvette et mettre en communication avec l'atmosphère les deux branches 1 et 2.

Relier la branche 1 au cylindre contenant l'échantillon pour laboratoire à l'aide d'un tuyau en caoutchouc. Ouvrir, avec précaution, la vanne du cylindre et laisser se dégager lentement l'ammoniac dans l'atmosphère, jusqu'à ce que les branches 1 et 2 soient bien refroidies et jusqu'au moment où l'ammoniac commence à sortir sous forme de gouttes.

À ce moment, manœuvrer le robinet 3 de manière à isoler la branche 2, en mettant en même temps en communication la branche 1 avec l'éprouvette et en laissant ouverte, au moyen du robinet 4, la branche 6.

Presqu'en même temps, manœuvrer le robinet 4 de manière à relier les deux fioles coniques à l'ensemble de l'appareillage en ayant soin d'isoler la branche 6. L'ammoniac anhydre liquéfié est ainsi recueilli dans l'éprouvette, tandis que les vapeurs qui se dégagent sont absorbées par la solution d'acide sulfurique (4.2) contenues dans les deux fioles coniques.

Lorsque l'ammoniac liquéfié recueilli dans l'éprouvette atteint le trait repère indiquant le volume de 100 ml, tourner le robinet 4 de manière à relier l'éprouvette à l'atmosphère, en isolant les deux fioles coniques.

Manœuvrer immédiatement le robinet 3 pour isoler l'éprouvette et laisser s'échapper l'ammoniac dans l'atmosphère à travers la branche 2.

Fermer alors la vanne du cylindre contenant l'échantillon pour laboratoire et le débrancher de l'appareil.

Une fois terminé le prélèvement de la prise d'essai, débrancher l'ensemble formé par les deux fioles coniques munies de leurs tubes de connexion, à partir du point 5 indiqué sur la figure. Le laisser revenir à la température ambiante et le peser à 0,1 g près.

#### 7.2 Essai à blanc

Effectuer, parallèlement au dosage et en suivant le même mode opératoire, un essai à blanc en utilisant les mêmes quantités de tous les réactifs (à l'exception du réactif de Karl Fischer) que celles utilisées pour le dosage, mais en omettant la prise d'essai.

#### 7.3 Dosage

Retirer l'éprouvette et son contenu du vase de Dewar et laisser s'évaporer lentement l'ammoniac à la température ambiante, à travers la branche 2 (voir la figure), jusqu'à l'obtention, au fond de l'éprouvette, d'un résidu constitué par une solution aqueuse-glycolique. Déboucher l'éprouvette, ajouter 10,0 ml du mélange méthanol-acide acétique (4.4) en ayant soin de le laisser s'écouler lentement le long des parois de l'éprouvette. Agiter avec précaution et transvaser quantitativement la solution dans le vase à réaction de l'appareil spécifié dans l'ISO 760, paragraphe 5.1.1.2, en rinçant l'éprouvette avec chaque fois des fractions de 10,0 ml du mélange méthanol-acide acétique jusqu'à un maximum de 50 ml et en recueillant quantitativement les liquides de lavage dans le vase à réaction de l'appareil.

Effectuer le titrage suivant les modalités spécifiées dans l'ISO 760, paragraphe 7.2 (Titrage électrométrique direct).

## 8 Expression des résultats

La teneur en eau, exprimée en pourcentage en masse de H<sub>2</sub>O, est donnée par la formule

$$\frac{T(V_1 - V_2)}{m \times 10}$$

où

$T$  est l'équivalent en eau du réactif de Karl Fischer (4.5 de l'ISO 760), calculé selon l'ISO 760, paragraphe 7.3.1;

$V_1$  est le volume, en millilitres, du réactif de Karl Fischer, utilisé pour le titrage;

$V_2$  est le volume, en millilitres, du réactif de Karl Fischer, utilisé pour l'essai à blanc;

$m$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai (7.1), calculée en multipliant le volume, en millilitres, de l'ammoniac anhydre liquéfié recueilli dans l'éprouvette par 0,68

(0,68 g/ml étant la masse volumique de l'ammoniac anhydre liquéfié), et en ajoutant l'augmentation de masse, en grammes, de l'ensemble formé par les deux fioles coniques munies de leurs tubes de connexion, à partir du point 5 indiqué sur la figure.

## 9 Procès-verbal d'essai

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

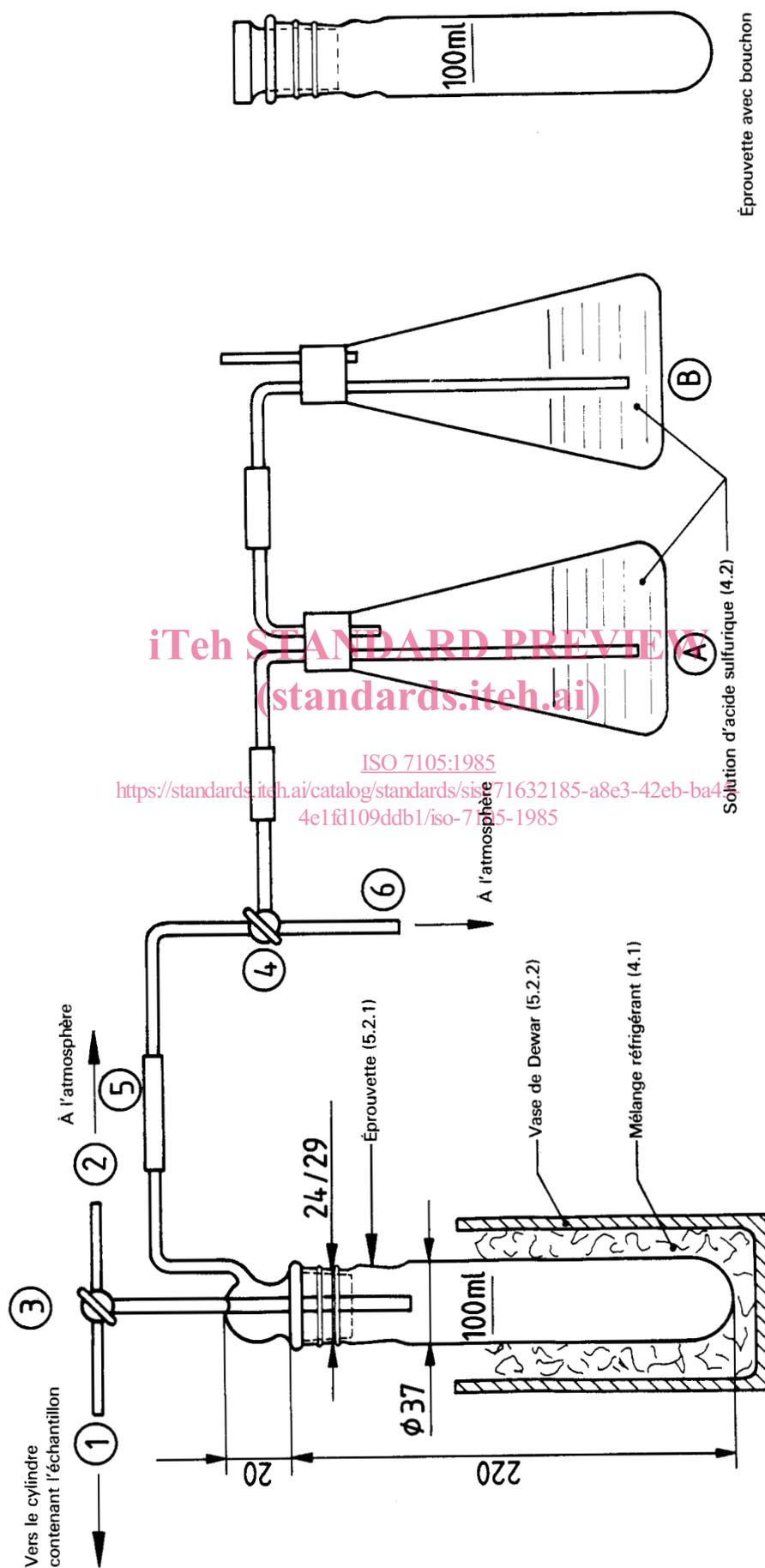
- a) identification de l'échantillon;
- b) référence de la méthode utilisée;
- c) résultats, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;
- d) compte rendu de tous détails particuliers éventuels relevés au cours de l'essai;
- e) compte rendu de toutes opérations non prévues dans la présente Norme internationale ou dans les Normes internationales auxquelles il est fait référence, ou de toutes opérations facultatives.

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

ISO 7105:1985

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/71632185-a8e3-42eb-ba45-4e1fd109ddb1/iso-7105-1985>

Dimensions en millimètres



ISO 7105:1985  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sis/71632185-a8e3-42eb-ba44e1fd109ddb1/iso-7105-1985>

Figure — Appareil type pour le prélèvement de la prise d'essai

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

ISO 7105:1985

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/71632185-a8e3-42eb-ba45-4e1fd109ddb1/iso-7105-1985>

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

ISO 7105:1985

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/71632185-a8e3-42eb-ba45-4e1fd109ddb1/iso-7105-1985>