Norme internationale ISO 7106

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

Ammoniac anhydre liquéfié à usage industriel — Dosage de l'huile — Méthode gravimétrique et méthode spectrométrique dans l'infrarouge

Liquefied anhydrous ammonia for industrial use — Determination of oil content — Gravimetric and infra-red spectrometric methods

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Première édition — 1985-06-15

ISO 7106:1985
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/76040f5d-21c5-42f4-9136-16875375b5ef/iso-7106-1985

CDU 661.51 : 543.21 : 543.42 : 543.74 **Réf. nº : ISO 7106-1985 (F)**

Descripteurs : produit industriel, composé chimique, ammoniac liquéfié, analyse chimique, dosage, huile, matériel d'essai, méthode gravimétrique, méthode spectrophotométrique.

Prix basé sur 5 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.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

La Norme internationale ISO 7106 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 47, *Chimie*.

ISO 7106:1985
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/76040f5d-21c5-42f4-9136-16875375b5ef/iso-7106-1985

© **Organisation internationale de normalisation, 1985** ●

Imprimé en Suisse

Ammoniac anhydre liquéfié à usage industriel — Dosage de l'huile — Méthode gravimétrique et méthode spectrométrique dans l'infrarouge

AVERTISSEMENT — L'ammoniac anhydre liquéfié est un produit extrêmement caustique et toxique, dont la température d'ébullition est de −33,3 °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 concentration 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.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

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.

ISO 7106:1985
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/76040f5d-21c5-42f4-9136-16875375b5ef/iso-7106-1985

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie deux méthodes pour le dosage de l'huile non volatile à 105 °C environ dans l'ammoniac anhydre liquéfié à usage industriel, à savoir:

— méthode gravimétrique;

— méthode spectrométrique dans l'infrarouge.

La méthode gravimétrique est applicable aux produits dont la teneur en huile est égale ou supérieure à 10 mg/kg.

La méthode spectrométrique dans l'infrarouge, plus sensible, est applicable aux produits dont la teneur en huile est supérieure à 1 mg/kg.

2 Références

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

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

3 Principe

Évaporation à la température ambiante d'une prise d'essai d'ammoniac anhydre liquéfié, extraction par le tétrachlorure de carbone de l'huile contenue dans le résidu et dosage de l'huile par la méthode 3.1 ou 3.2.

3.1 Méthode gravimétrique

Évaporation du solvant organique et pesée du résidu.

3.2 Méthode spectrométrique dans l'infrarouge

Mesurage spectrométrique de l'absorbance de la phase organique à une longueur d'onde aux environs de 3,42 µm, soit à la bande d'absorption la plus intense correspondant à la vibration asymétrique des radicaux CH.

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.

4.1 Tétrachlorure de carbone, ne donnant aucune absorbance à 3,42 µm.

AVERTISSEMENT — Le tétrachlorure de carbone est toxique. Éviter d'en respirer les vapeurs. Éviter le contact avec la peau et les yeux.

4.2 Acide chlorhydrique (ϱ 1,19 g/ml environ), solution à 4 % (*m*/*m*) environ.

4.3 Acide sulfurique (ϱ 1,84 g/ml environ), solution à 10 % (m/m) environ.

4.4 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°C.

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

4.5 Huile à base paraffinique, solution étalon dans du tétrachlorure de carbone, correspondant à 0,500 g d'huile par litre.

Peser, à 0,000 1 g près, 0,050 g d'huile à base paraffinique de qualité spectrométrique (par exemple *n*-hexadécane), l'introduire dans un bécher de capacité convenable (par exemple 100 ml) et la dissoudre dans 50 ml environ du tétrachlorure de carbone (4.1). Transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 100 ml, compléter au volume avec le même tétrachlorure de carbone et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 0,50 mg d'huile.

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

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 7106:1985
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b0d0d2b5-d2b5-4b2b-9139-16875375b5c1/iso-7106-1985

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Appareillage pour le prélèvement de la prise d'essai.

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

5.1.1 Éprouvette en verre, de capacité totale 250 ml environ, ayant un trait repère à 200 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).

5.1.2 Vase de Dewar, capable de contenir l'éprouvette (5.1.1), laissant visible le trait repère.

5.2 Étuve électrique, réglable à 105 ± 2 °C.

5.3 Capsule en platine, de capacité 70 ml environ.

5.4 Spectromètre, pour mesurage dans le domaine infrarouge (IR), muni de cuves en quartz de 1 cm d'épaisseur capables d'être couvertes.

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 (4.3) et quelques gouttes de la solution de rouge de méthyle (4.6), munies de leurs tubes de connexion, à partir du point 5 indiqué sur la figure.

Immerger l'éprouvette (5.1.1) munie de son bouchon dans le vase de Dewar (5.1.2) rempli aux trois quarts du mélange réfrigérant (4.4) 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 (4.3) contenue dans les deux fioles coniques.

Lorsque l'ammoniac liquéfié recueilli dans l'éprouvette atteint le trait repère indiquant le volume de 200 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 Récupération de l'huile

Chauffer la capsule en platine (5.3) dans l'étuve électrique (5.2) réglée à 105 ± 2 °C durant 1 h, la laisser refroidir dans un dessiccateur garni de préférence avec du gel de silice activée ou de l'alumine activée, et la peser à 0,000 1 g près.

Retirer l'éprouvette (5.1.1) contenant la prise d'essai du vase de Dewar (5.1.2) 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 ammoniacale, par de l'huile et par d'autres substances non volatiles à la température ambiante.

Ajouter, dans l'éprouvette, un peu d'eau et quelques gouttes de la solution d'acide chlorhydrique (4.2) jusqu'à légère acidification, en contrôlant au moyen de l'indicateur (4.6).

Ajouter ensuite 10 ml du tétrachlorure de carbone (4.1), agiter et transvaser dans une ampoule à décanter. Laver l'éprouvette avec deux ou trois portions de 10 ml chacune du tétrachlorure de carbone, en versant les liquides de lavage dans la même ampoule à décanter afin de recueillir quantitativement toute trace d'huile.

Agiter énergiquement l'ampoule à décanter, laisser décanter la phase organique et la filtrer au travers d'un papier filtre sec pour filtration lente, en recueillant le filtrat dans la capsule (5.3) tarée. Laver le filtre avec 10 ml du tétrachlorure de carbone, en ajoutant les liquides de lavage au filtrat.

Ajouter, dans l'ampoule à décanter, 10 ml du tétrachlorure de carbone, agiter énergiquement, laisser décanter la phase organique et la filtrer au travers du papier filtre, en recueillant le filtrat dans la capsule en platine.

7.3 Dosage

7.3.1 Méthode gravimétrique

7.3.1.1 Élimination du solvant et pesée

Évaporer le tétrachlorure de carbone sur un bain d'eau bouillante et sous une hotte bien ventilée. Placer la capsule avec son contenu dans l'étuve électrique (5.2) réglée à 105 ± 2 °C et laisser séjourner durant 15 à 20 min.

Laisser refroidir la capsule dans un dessiccateur garni de préférence avec du gel de silice activée ou de l'alumine activée, et la peser à 0,000 1 g près.

7.3.1.2 Expression des résultats

La teneur en huile non volatile à 105 °C environ, exprimée en milligrammes par kilogramme, est donnée par la formule

$$\frac{m_2 - m_1}{m_0} \times 10^6$$

où

m_0 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;

m_1 est la masse, en grammes, de la capsule en platine (5.3) tarée vide;

m_2 est la masse, en grammes, de la capsule en platine (5.3) contenant l'huile.

Effectuer la détermination en double et donner la moyenne des deux résultats.

7.3.2 Méthode spectrométrique dans l'infrarouge

7.3.2.1 Préparation de la solution d'essai

Après avoir retiré du dessiccateur la capsule en platine et son contenu obtenu en 7.3.1.1, ajouter dans la capsule 10 ml du tétrachlorure de carbone (4.1) pour dissoudre l'huile. Transvaser la solution dans une fiole jaugée de 50 ml. Laver la capsule avec deux ou trois portions de 10 ml chacune du tétrachlorure de carbone, en versant les liquides de lavage dans la même fiole jaugée afin de recueillir quantitativement toute trace d'huile. Compléter au volume avec le même tétrachlorure de carbone et homogénéiser.

NOTE — Ce traitement est nécessaire afin de se trouver dans les mêmes conditions que celles de la méthode gravimétrique, ayant éliminé par chauffage les hydrocarbures légers éventuellement présents et qui pourraient fausser les résultats.

7.3.2.2 Établissement de la courbe d'étalonnage

7.3.2.2.1 Préparation des solutions témoins, se rapportant à des mesurages spectrométriques effectués en cuves en quartz de 1 cm d'épaisseur

Dans une série de six fioles jaugées de 50 ml, introduire les volumes de la solution étalon d'huile (4.5) indiqués dans le tableau suivant.

Solution étalon d'huile (4.5)	Masse correspondante d'huile
ml	mg
0,50	0,25
1,00	0,50
2,00	1,00
3,00	1,50
4,00	2,00
5,00	2,50

Compléter le contenu de chaque fiole au volume avec du tétrachlorure de carbone (4.1) et homogénéiser.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 7106:1985
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/
16875375b5ef/iso-7106-1985

7.3.2.2.2 Mesurages spectrométriques

Effectuer les mesurages spectrométriques au moyen du spectromètre IR (5.4) réglé à une longueur d'onde aux environs de 3,42 µm dans des cuves en quartz de 1 cm d'épaisseur, après avoir ajusté l'appareil au zéro d'absorbance par rapport au tétrachlorure de carbone (4.1).

7.3.2.2.3 Tracé de la courbe d'étalonnage

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

NOTE — Avant chaque dosage, établir une nouvelle courbe d'étalonnage.

7.3.2.3 Mesurage spectrométrique de la solution d'essai

Effectuer le mesurage spectrométrique de la solution d'essai (7.3.2.1) en suivant les modalités spécifiées en 7.3.2.2.2.

7.3.2.4 Expression des résultats

Au moyen de la courbe d'étalonnage (7.3.2.2.3), déterminer la masse d'huile correspondant à l'absorbance de la solution d'essai.

La teneur en huile non volatile à 105 °C environ, exprimée en milligrammes par kilogramme, est donnée par la formule

$$\frac{m_3 \times 1\,000}{m_0}$$

où

m_0 a la même signification qu'en 7.3.1.2;

m_3 est la masse, en milligrammes, d'huile trouvée dans la solution d'essai (7.3.2.1).

La teneur en huile est donnée conventionnellement en fonction de l'étalonnage. Dans le cadre de la présente Norme internationale, l'huile déterminée est exprimée en paraffines linéaires, par exemple *n*-hexadécane.

NOTE — Étant donné la sensibilité de la méthode, éviter toute contamination de l'appareillage avec des corps gras.

Effectuer la détermination en double et donner la moyenne des deux résultats.

8 Procès-verbal d'essai

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

a) identification de l'échantillon;

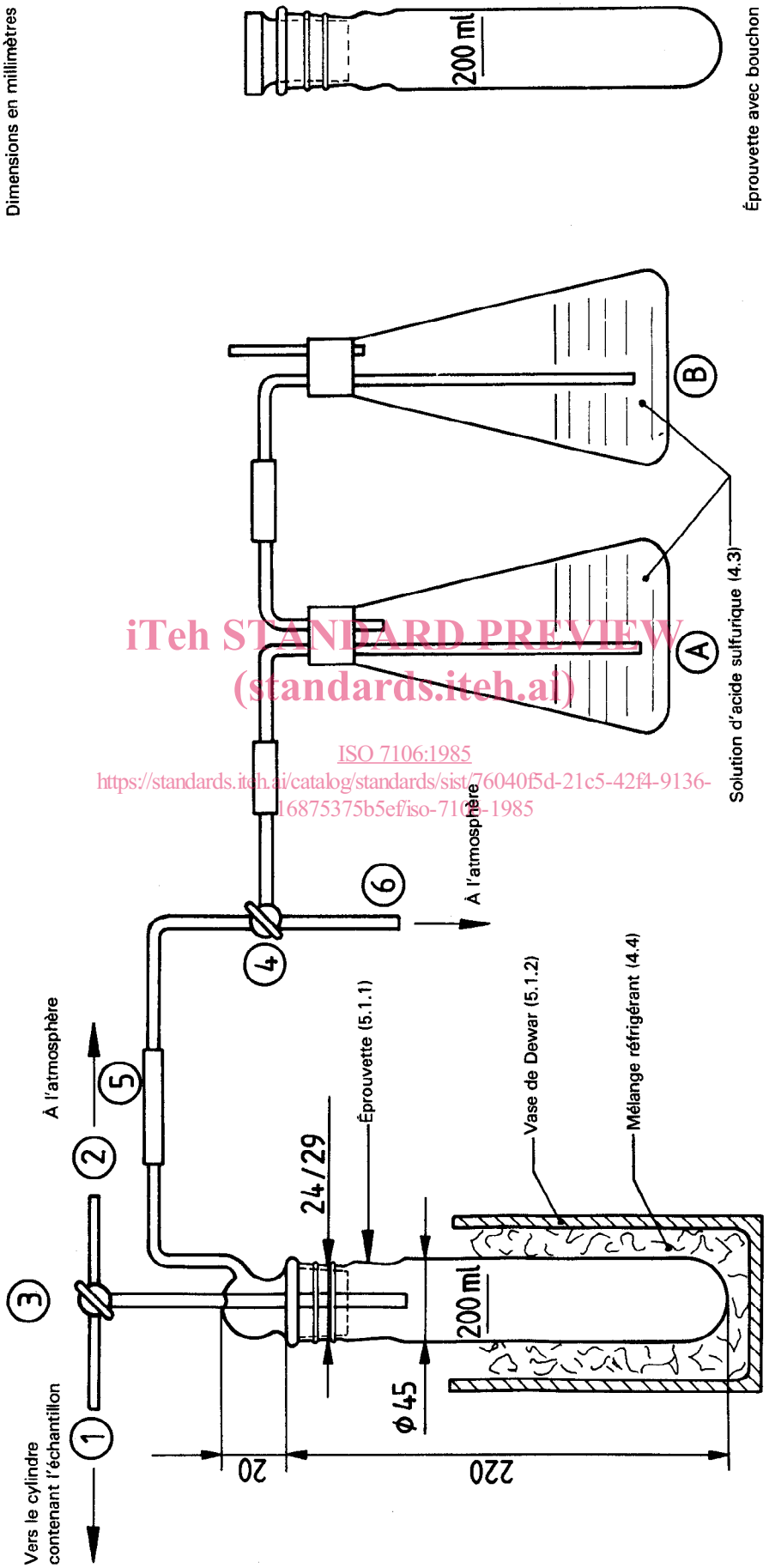
b) nom de la méthode utilisée et référence à la présente Norme internationale;

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 7106:1985
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6b40b5d-21c5-4244-9136-16875375b5ef/iso-7106-1985



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 7106:1985
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/76040f5d-21c5-42f4-9136-16875375b5ef/iso-7106-1985

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

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 7106:1985
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/76040f5d-21c5-42f4-9136-16875375b5ef/iso-7106-1985