



## Charbon — Dosage de l'azote — Méthode semi-micrométrique de Kjeldahl

*Coal — Determination of nitrogen — Semi-micro Kjeldahl method*

Troisième édition — 1983-09-15

ITEH STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

[ISO 333:1983](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/764d30ee-e6d2-4296-8723-88e8cea66124/iso-333-1983)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/764d30ee-e6d2-4296-8723-88e8cea66124/iso-333-1983>

---

CDU 662.642 : 662.66 : 543.846

Réf. n° : ISO 333-1983 (F)

Descripteurs : charbon, analyse chimique, dosage, azote, méthode de Kjeldahl.

## 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 333 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 27, *Combustibles minéraux solides*.

Cette troisième édition fut soumise directement au Conseil de l'ISO, conformément au paragraphe 6.11.2 de la partie 1 des Directives pour les travaux techniques de l'ISO. Elle annule et remplace la deuxième édition (ISO 333-1979), qui avait été approuvée par les comités membres des pays suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	France	Portugal
Allemagne, R.F.	Inde	Roumanie
Autriche	Italie	Royaume-Uni
Belgique	Japon	Tchécoslovaquie
Canada	Mexique	Turquie
Chili	Nouvelle-Zélande	URSS
Danemark	Pays-Bas	Yougoslavie
Espagne	Pologne	

Aucun comité membre ne l'avait désapprouvée.

La deuxième édition, qui annulait et remplaçait l'ISO 333-1975, incorporait les modifications qui avaient été soumises aux comités membres, sous forme de projet d'Amendement 1, en octobre 1977. Ce projet d'amendement avait été approuvé par les comités membres des pays suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	France	Royaume-Uni
Allemagne, R.F.	Inde	Tchécoslovaquie
Australie	Iran	Turquie
Autriche	Japon	URSS
Belgique	Mexique	USA
Bulgarie	Pays-Bas	Yougoslavie
Canada	Pologne	
Chili	Roumanie	

Aucun comité membre ne l'avait désapprouvé.

# Charbon — Dosage de l'azote — Méthode semi-micrométrique de Kjeldahl

## 1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination de la teneur en azote de la houille, du charbon brun et du lignite selon la méthode semi-micrométrique de Kjeldahl.

NOTE — En variante, une méthode macrométrique est donnée dans l'ISO 332.

## 2 Références

ISO 332, *Charbon — Dosage de l'azote — Méthode macrométrique de Kjeldahl.*

ISO 1170, *Charbon et coke — Calculs pour les analyses par rapport à différentes bases.*

## 3 Principe

Une prise d'essai est chauffée avec de l'acide sulfurique concentré en présence d'un mélange catalyseur, afin de transformer l'azote en sulfate d'ammonium, à partir duquel l'ammoniac, libéré par distillation en milieu alcalin et entraînement à la vapeur d'eau, est absorbé par de l'acide borique et dosé par titrage au moyen d'acide sulfurique.

Dans les houilles et l'antracite, l'azote se trouve réparti d'une manière assez uniforme, même si le gisement est stratifié; dans certains charbons bruns et lignites, la teneur en azote varie dans les différentes couches du gisement, et les difficultés d'échantillonnage font qu'il n'est pas désirable d'employer une méthode semi-micrométrique utilisant un échantillon de 0,1 g seulement, de sorte que, pour de tels charbons bruns et lignites stratifiés, il est recommandé d'employer la méthode macrométrique de Kjeldahl spécifiée dans l'ISO 332, qui utilise un échantillon de 1 g.

## 4 Réactifs

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.

### 4.1 Mélange catalyseur, composé, en masse, de

- 32 parties de sulfate de potassium anhydre;
- 1 partie de poudre de sélénium;
- 5 parties de sulfate de mercure(II).

Broyer les réactifs indiqués ci-dessus dans un mortier et les mélanger soigneusement.

### 4.2 Saccharose.

4.3 Acide sulfurique,  $\rho$  environ 1,84 g/ml, approximativement 98 % (m/m).

### 4.4 Acide borique, solution saturée.

Dissoudre 60 g d'acide borique dans 1 litre d'eau chaude, refroidir et laisser reposer durant 3 jours avant de décanter la liqueur clarifiée.

### 4.5 Sulfure de sodium, solution alcaline.

Dissoudre 20 g de sulfure de sodium nonahydraté ( $\text{Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ ) dans de l'eau et diluer à 50 ml; ajouter une solution composée de 240 g d'hydroxyde de sodium dans 600 ml d'eau et homogénéiser soigneusement.

4.6 Acide sulfurique, solution titrée,  $c(1/2 \text{H}_2\text{SO}_4) = 0,01 \text{ mol/l}$ .

### 4.7 Indicateur mixte, solution.

Solution A — Dissoudre 0,125 g de carboxy-2 diméthylamino-4' azobenzène [rouge de méthyle] dans 60 ml d'éthanol ou d'alcool dénaturé industriel et diluer à 100 ml avec de l'eau.

Solution B — Dissoudre 0,083 g de chlorure de bis(diméthylamino)-3,7 phénouthiazinium [bleu de méthylène] dans 100 ml d'éthanol ou d'alcool dénaturé industriel. Conserver dans une bouteille en verre foncé.

Mélanger 1 volume de la solution A et 1 volume de la solution B. Ne pas conserver la solution mélangée plus de 1 semaine.

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/764d30ee-e6d2-4296-8723-88e8cea66124/iso-333-1983>

## 5 Appareillage

**5.1 Verrerie graduée**, conforme aux spécifications des Normes internationales élaborées par l'ISO/TC 48, *Verrerie de laboratoire et appareils connexes*.

**5.2 Ballon d'attaque**, en verre borosilicaté, de 50 ml de capacité, de préférence en forme de pistolet, muni d'un bouchon léger en verre borosilicaté soufflé, libre dans le col du ballon, pour éviter les pertes d'acide.

**5.3 Appareil de distillation**, en verre borosilicaté, convenant à la distillation par entraînement à la vapeur d'eau, muni d'un dispositif antiprojections destiné à empêcher l'entraînement de l'hydroxyde de sodium hors du ballon de distillation (voir figure 1).

**5.4 Fiole réceptrice**, conique, à fond plat et à col large, de 100 ml de capacité.

**5.5 Burette**, de 25 ml de capacité.

**5.6 Dispositif de chauffage**, permettant de chauffer simultanément un ou plusieurs ballons placés de manière à être inclinés d'environ 35° par rapport à la verticale. Un dispositif convenable est illustré par la figure 2.

**5.7 Balance analytique**, permettant des pesées d'une précision équivalente à 0,1 mg.

## 6 Préparation de l'échantillon

Le charbon utilisé pour le dosage de l'azote est l'échantillon pour analyse, broyé pour passer au tamis de 212 µm d'ouverture de maille. Étaler l'échantillon en une couche mince durant le temps minimal nécessaire pour parvenir à un équilibre approximatif entre l'humidité de l'échantillon et l'atmosphère du laboratoire (cela est particulièrement important pour les charbons bruns et les lignites).

Avant de commencer le dosage, homogénéiser l'échantillon « sec à l'air », durant au moins 1 min, de préférence par un procédé mécanique.

## 7 Mode opératoire

### 7.1 Minéralisation

Peser, à 0,1 mg près, environ 0,10 g de l'échantillon et le verser soigneusement dans le ballon d'attaque (5.2). Ajouter 2,0 g de mélange catalyseur (4.1) et agiter pour mélanger. Ajouter 4 ml d'acide sulfurique (4.3) et mélanger à nouveau.

Enclencher le chauffage électrique et le laisser fonctionner durant 20 min à environ demi-puissance; le porter ensuite durant 10 min au maximum de sa puissance, avant de placer le ballon sur le réchaud. En variante, avec le chauffage au gaz, bien placer le ballon d'attaque sur la flamme d'un microbrûleur, l'entrée d'air étant ouverte à fond, et régler la flamme de

manière que la clarification de la solution s'effectue en 7 à 10 min, en utilisant, par exemple, une flamme de 50 mm de hauteur, la partie la plus basse du ballon étant à 40 mm au-dessus du sommet de l'ouverture du brûleur. Après clarification, poursuivre l'ébullition de manière que la durée totale de la minéralisation soit de 25 à 30 min, afin d'achever la transformation des composés azotés en sulfate d'ammonium.

NOTE — La durée totale de la minéralisation doit être rigoureusement observée dans les conditions spécifiées.

### 7.2 Distillation

Pendant la minéralisation, passer à la vapeur l'appareil de distillation (5.3) (voir la note), fermer le raccord avec le ballon de distillation et expulser le résidu de la distillation précédente. Verser 20 ml de la solution alcaline de sulfure de sodium (4.5) dans le ballon de distillation au moyen d'un entonnoir et rincer avec de l'eau. Introduire 2 ml de la solution d'acide borique (4.4) dans le récepteur (5.4), ajouter 4 gouttes de la solution d'indicateur mixte (4.7), et placer un support sous le récepteur, de manière que l'extrémité du tube du réfrigérant plonge dans le liquide.

Laisser refroidir le produit de la minéralisation durant 5 min et le diluer en ajoutant 10 ml d'eau distillée, d'abord goutte à goutte et en agitant, jusqu'à ce que la réaction soit moins violente. Verser le produit ainsi dilué par l'intermédiaire de l'entonnoir à robinet dans le ballon de distillation; rincer le ballon d'attaque dans l'entonnoir avec de l'eau, puis rincer l'entonnoir à robinet avec de l'eau. Le volume total du liquide dans le ballon de distillation ne doit pas dépasser la moitié de la capacité du ballon, afin d'éviter les entraînements.

Chauffer le ballon de distillation sur une flamme basse et faire passer la vapeur dans l'appareil. Distiller durant 5 min à un rythme d'environ 4 ml de distillat par minute à partir du moment où la vapeur pénètre dans le réfrigérant. Baisser le récepteur de manière que l'extrémité du réfrigérant soit à peu près à 25 mm au-dessus de la surface du liquide, et poursuivre la distillation durant encore 1 min. Le contenu du récepteur doit rester froid. Rincer l'extrémité du tube du réfrigérant avec de l'eau.

Ajouter quelques gouttes de la solution d'indicateur mixte (4.7) au distillat et titrer l'ammoniac présent dans le distillat avec la solution d'acide sulfurique (4.6) jusqu'à ce que la couleur vert pré vire au gris acier, une goutte de plus donnant une coloration pourpre (acide).

NOTE — L'appareil de distillation doit être conditionné en faisant passer de la vapeur dans l'appareil durant 30 min avant de commencer une série de distillations. Il n'est pas nécessaire, néanmoins, de le faire entre deux distillations successives de la série.

### 7.3 Essai à blanc

Procéder à un essai à blanc exactement de la même manière, mais en utilisant 0,1 g de saccharose (4.2) au lieu de l'échantillon.

NOTE — Si le dispositif antiprojections retient tout l'hydroxyde de sodium entraîné, les résultats des essais à blanc ne devraient pas dépasser 0,1 ml de solution d'acide sulfurique à 0,01 mol/l (4.6). La

vapeur attaquant les composés alcalins de certains verres, lorsque les essais à blanc donnent des résultats plus élevés, le tube central du réfrigérant doit être remplacé par un tube en silice fondue ou en verre borosilicaté.

## 8 Expression des résultats

La teneur en azote (N) de l'échantillon analysé<sup>1)</sup>, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$\frac{1,4 c (V_1 - V_2)}{m}$$

où

$V_1$  est le volume, en millilitres, de la solution d'acide sulfurique (4.6), utilisé pour le dosage;

$V_2$  est le volume, en millilitres, de la solution d'acide sulfurique (4.6), utilisé pour l'essai à blanc;

$c$  est la concentration réelle, exprimée en moles par litre, de la solution d'acide sulfurique (4.6);

$m$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai.

Les résultats (de préférence la moyenne de deux déterminations — voir 9.1) doivent être exprimés à 0,01 % près.

## 9 Fidélité de la méthode

Azote	Différences maximales admissibles entre les résultats obtenus (calculés pour un même taux d'humidité)	
	Dans un même laboratoire (Répétabilité)	Dans des laboratoires différents (Reproductibilité)
	0,05 % en valeur absolue	0,10 % en valeur absolue

## 9.1 Répétabilité

Les résultats de deux déterminations, effectuées à différentes périodes, dans un même laboratoire, par la même personne, utilisant le même appareillage, sur des prises d'essai représentatives prélevées sur le même échantillon pour analyse, ne doivent pas différer de plus de la valeur indiquée ci-dessus.

## 9.2 Reproductibilité

Les moyennes des résultats de deux déterminations, effectuées dans deux laboratoires différents, sur des prises d'essai représentatives prélevées sur le même échantillon après le stade final de la préparation de l'échantillon, ne doivent pas différer de plus de la valeur indiquée ci-dessus.

## 10 Procès-verbal d'essai

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

- identification du produit soumis à l'essai;
- 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;
- date de l'essai.

1) Le calcul des résultats sur d'autres bases fait l'objet de l'ISO 1170.

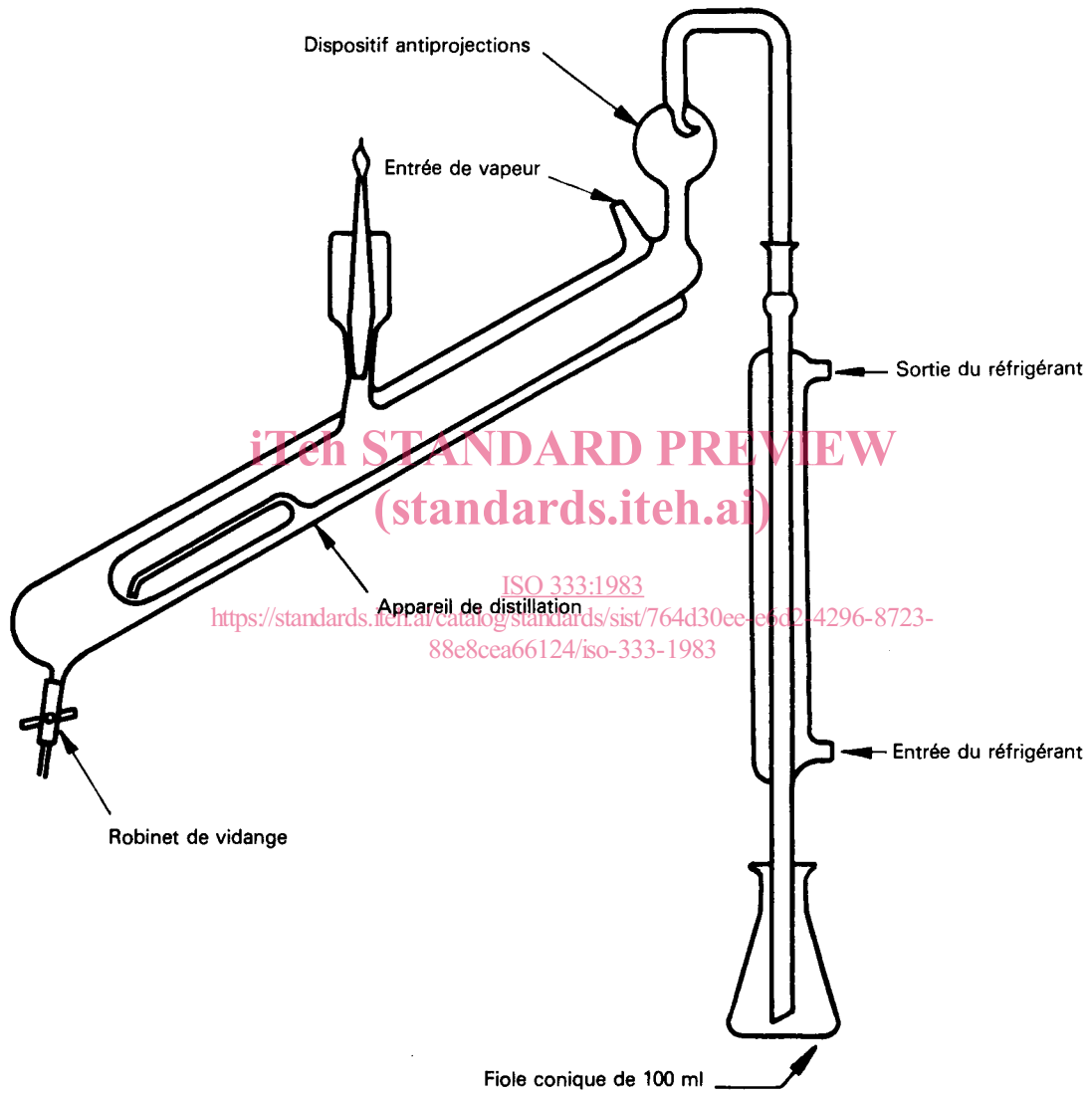
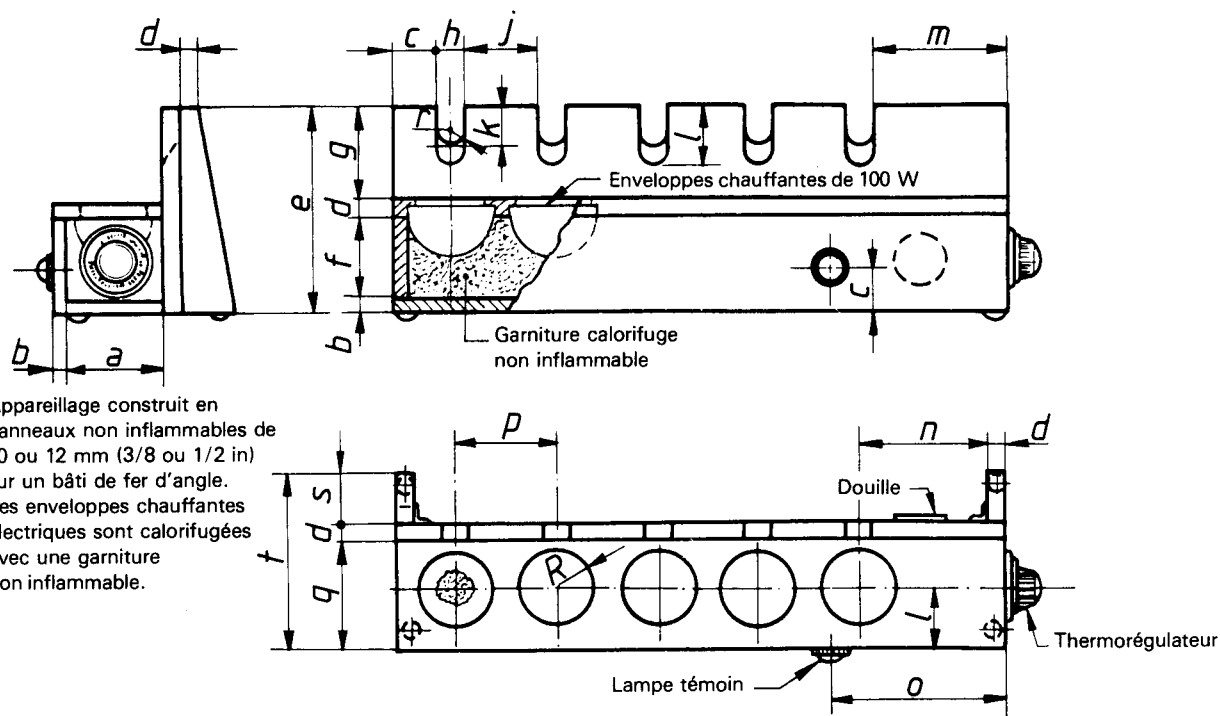


Figure 1 – Appareil de distillation convenable



iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

Dimensions	mm <sup>1)</sup>	in
a	73	2 7/8
b	31,8	3/8
c	12,7	1/2
d	152	6
e	60	2 3/8
f	69	2 3/4
g	19	3/4
h	57	2 1/4
j	28,5	1 1/8
k	44,5	1 3/4
l	98	3 7/8
m	95	3 3/4
n	130	5 1/8
o	76	3
p	82	3 1/4
q	9,5	3/8
r	28,5	1 1/8
R	38	1 1/2
s	133	5 1/4
t		

1) Ces dimensions ont été arrondies.

Figure 2 — Appareillage électrique de minéralisation pour la méthode semi-micrométrique de Kjeldahl