



Acide sulfurique et oléums à usage industriel — Dosage de l'azote total — Méthode titrimétrique après distillation

Sulphuric acid and oleum for industrial use — Determination of total nitrogen content — Titrimetric method after distillation

Première édition — 1977-11-15

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 914:1977](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/085bcbf2-bc49-4f9b-b0a7-69be384fd3e/iso-914-1977)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/085bcbf2-bc49-4f9b-b0a7-69be384fd3e/iso-914-1977>

CDU 661.25 : 543.24 : 546.17

Réf. no : ISO 914-1977 (F)

Descripteurs : acide sulfurique, analyse chimique, dosage, azote, méthode volumétrique.

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.

Avant 1972, les résultats des travaux des comités techniques étaient publiés comme recommandations ISO; ces documents sont en cours de transformation en Normes internationales. Compte tenu de cette procédure, le comité technique ISO/TC 47, *Chimie*, après examen, est d'avis que la Recommandation ISO/R 914-1968 peut, du point de vue technique, être transformée. La présente Norme internationale remplace donc la Recommandation ISO/R 914-1968 à laquelle elle est techniquement identique.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/085bcbf2-bc49-4f9b-b0a7-69be384fd13e/iso-914-1977>

Les comités membres des pays suivants avaient approuvé la Recommandation ISO/R 914 :

Afrique du Sud, Rép. d'	Hongrie	Roumanie
Allemagne	Inde	Royaume-Uni
Autriche	Iran	Suisse
Belgique	Irlande	Tchécoslovaquie
Brésil	Italie	Thaïlande
Chili	Japon	Turquie
Cuba	Nouvelle-Zélande	U.R.S.S.
Égypte, Rép. arabe d'	Pays-Bas	Yougoslavie
Espagne	Pologne	
France	Portugal	

Aucun comité membre ne l'avait désapprouvée.

Aucun comité membre n'a désapprouvé la transformation de la recommandation en Norme internationale.

Acide sulfurique et oléums à usage industriel – Dosage de l'azote total – Méthode titrimétrique après distillation

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme internationale spécifie une méthode titrimétrique, après distillation, de dosage de l'azote total dans l'acide sulfurique et les oléums à usage industriel.

La méthode est applicable aux produits dont la teneur en azote total est égale ou supérieure à 0,05 % (*m/m*).

2 PRINCIPE

Transformation de l'azote présent dans une prise d'essai en ammoniac par réduction au moyen d'hydrogène naissant. Distillation et absorption de l'ammoniac dans un excès de solution titrée d'acide sulfurique et titrage en retour avec une solution titrée d'hydroxyde de sodium en présence d'un indicateur.

3 RÉACTIFS

Au cours de l'analyse, n'utiliser que des réactifs de qualité analytique reconnue, et que de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

3.1 Alliage de Devarda (Al 45 % – Cu 50 % – Zn 5%), en grains de 0,2 à 0,3 mm.

3.2 Hydroxyde de sodium, solution à 250 g/l.

3.3 Permanganate de potassium, solution à 10 g/l.

3.4 Acide sulfurique, solution titrée 0,1 N.

3.5 Hydroxyde de sodium, solution titrée 0,1 N.

3.6 Indicateur mixte, solution éthanolique.

Dissoudre 0,1 g de rouge de méthyle dans 50 ml environ d'éthanol à 95 % (V/V) et ajouter ensuite 0,05 g de bleu de méthylène. Après dissolution, compléter le volume à 100 ml avec le même éthanol et homogénéiser.

3.7 Papier de tournesol (rouge).

4 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et

4.1 Pipette à peser, de capacité 60 ml environ, à bouchon rodé.

4.2 Appareil de distillation, à joints rodés sphériques de préférence, ou tout appareil présentant toutes les garanties d'une distillation et d'une absorption quantitatives.

L'appareil peut être constitué, par exemple, par les éléments suivants (voir la figure) :

4.2.1 Ballon de distillation (A), de capacité 1 000 ml, muni d'un joint sphérique femelle.

4.2.2 Tube à distiller coudé, à joints sphériques mâles et prises parallèles, muni d'une ampoule de garde (B) et d'un entonnoir cylindrique (C) à robinet de capacité 50 ml.

4.2.3 Réfrigérant de Liebig (D), de longueur utile 400 mm environ, muni d'un joint femelle à l'entrée et d'un joint mâle à la sortie.

4.2.4 Fiole conique (E), de capacité 500 ml, munie d'un joint femelle et de deux boules latérales.

4.2.5 Pincettes à ressort (F).

5 MODE OPÉRATOIRE¹⁾

5.1 Prise d'essai et préparation de la solution d'essai

Remplir la pipette à peser (4.1) avec l'échantillon pour essai et prélever, en pesant par différence à 0,01 g près, une prise d'essai de 50 g environ.

Verser lentement, en refroidissant de manière que la température reste inférieure à 40 °C, la prise d'essai sur de la glace pilée, placée dans un bœcher de capacité convenable.

Transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 100 ml, compléter au volume et homogénéiser.

¹⁾ Le mode opératoire décrit correspond à l'appareillage spécifié en 4.2 et devra être modifié en conséquence si l'on utilise un autre appareillage.

Prélever 50,0 ml de cette solution et, à l'aide de l'entonnoir (C), les introduire dans le ballon de distillation (A).

Laver l'entonnoir (C) en utilisant au moins 80 ml d'eau et recueillir les eaux de lavage dans le ballon (A).

5.2 Essai à blanc

Effectuer, parallèlement au dosage et en suivant le même mode opératoire, un essai à blanc en employant la même quantité de glace et les mêmes réactifs que ceux utilisés pour le dosage, mais en omettant la prise d'essai.

5.3 Dosage

5.3.1 Montage de l'appareil

Relier les différentes parties de l'appareil comme indiqué à la figure en ayant soin d'enduire les joints avec une graisse à la silicone.

Introduire, dans la fiole (E), 50,0 ml de la solution titrée d'acide sulfurique (3.4).

5.3.2 Oxydation et neutralisation de la solution d'essai

À l'aide de l'entonnoir (C), introduire, dans le ballon de distillation (A), la quantité de la solution de permanganate de potassium (3.3) nécessaire pour assurer, à la solution, une coloration rose persistant durant quelques minutes.

Refroidir le ballon (A), ajouter 2 gouttes de la solution de l'indicateur mixte (3.6) et neutraliser la solution en introduisant, à l'aide de l'entonnoir (C), la solution d'hydroxyde de sodium (3.2).

Débrancher le ballon (A), y introduire 1 g environ de l'alliage de Devarda (3.1) et raccorder le plus rapidement possible le ballon au reste de l'appareil.

5.3.3 Distillation

À l'aide de l'entonnoir (C), introduire, dans le ballon de distillation (A), 25 ml de la solution d'hydroxyde de sodium (3.2), en prenant soin de laisser une garde d'au moins quelques millimètres de liquide au-dessus du robinet. Chauffer avec précaution jusqu'à douce ébullition.

Distiller un volume de 150 ml environ, à raison de 1 goutte à la seconde. Lorsque le liquide dans la fiole (E) aura atteint un volume de 200 ml environ, vérifier que le distillat, à la sortie du réfrigérant, soit neutre. (Dans ce but, recueillir 1 goutte de ce distillat sur le papier de tournesol (3.7) qui ne doit pas changer de couleur.)

Arrêter le chauffage, ouvrir le robinet de l'entonnoir (C), débrancher le tube à distiller (B), et laver soigneusement le réfrigérant (D) en recevant les eaux de lavage dans la fiole (E). Débrancher enfin la fiole (E).

5.3.4 Titration

Homogénéiser soigneusement la solution contenue dans la fiole (E) et dans les deux boules latérales; ajouter, à la solution, quelques gouttes de la solution de l'indicateur mixte (3.6) et titrer en retour l'excès de la solution titrée d'acide sulfurique (3.4) à l'aide de la solution titrée d'hydroxyde de sodium (3.5), jusqu'au virage de l'indicateur.

Au cours du titrage, agiter soigneusement pour assurer la parfaite homogénéité de la solution.

6 EXPRESSION DES RÉSULTATS

La teneur en azote total, exprimée en pourcentage en masse d'azote (N), est donnée par la formule

$$(V_1 - V_2) \times 0,0014 \times \frac{100}{50} \times \frac{100}{m} \\ = \frac{0,28 (V_1 - V_2)}{m}$$

où

V_1 est le volume, en millilitres, de la solution titrée d'hydroxyde de sodium (3.5), utilisé pour le titrage en retour de l'excès de la solution titrée d'acide sulfurique (3.4) placée dans la fiole (E) pour l'essai à blanc;

V_2 est le volume, en millilitres, de la solution titrée d'hydroxyde de sodium (3.5), utilisé pour le titrage en retour de l'excès de la solution titrée d'acide sulfurique (3.4) placée dans la fiole (E) pour le dosage;

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai (5.1);

0,0014 est la masse, en grammes, d'azote correspondant à 1 ml de solution d'acide sulfurique 0,1 N exactement.

NOTE — Si les solutions titrées employées n'ont pas exactement la concentration prévue dans la liste des réactifs, une correction appropriée doit être appliquée.

7 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

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

- 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.

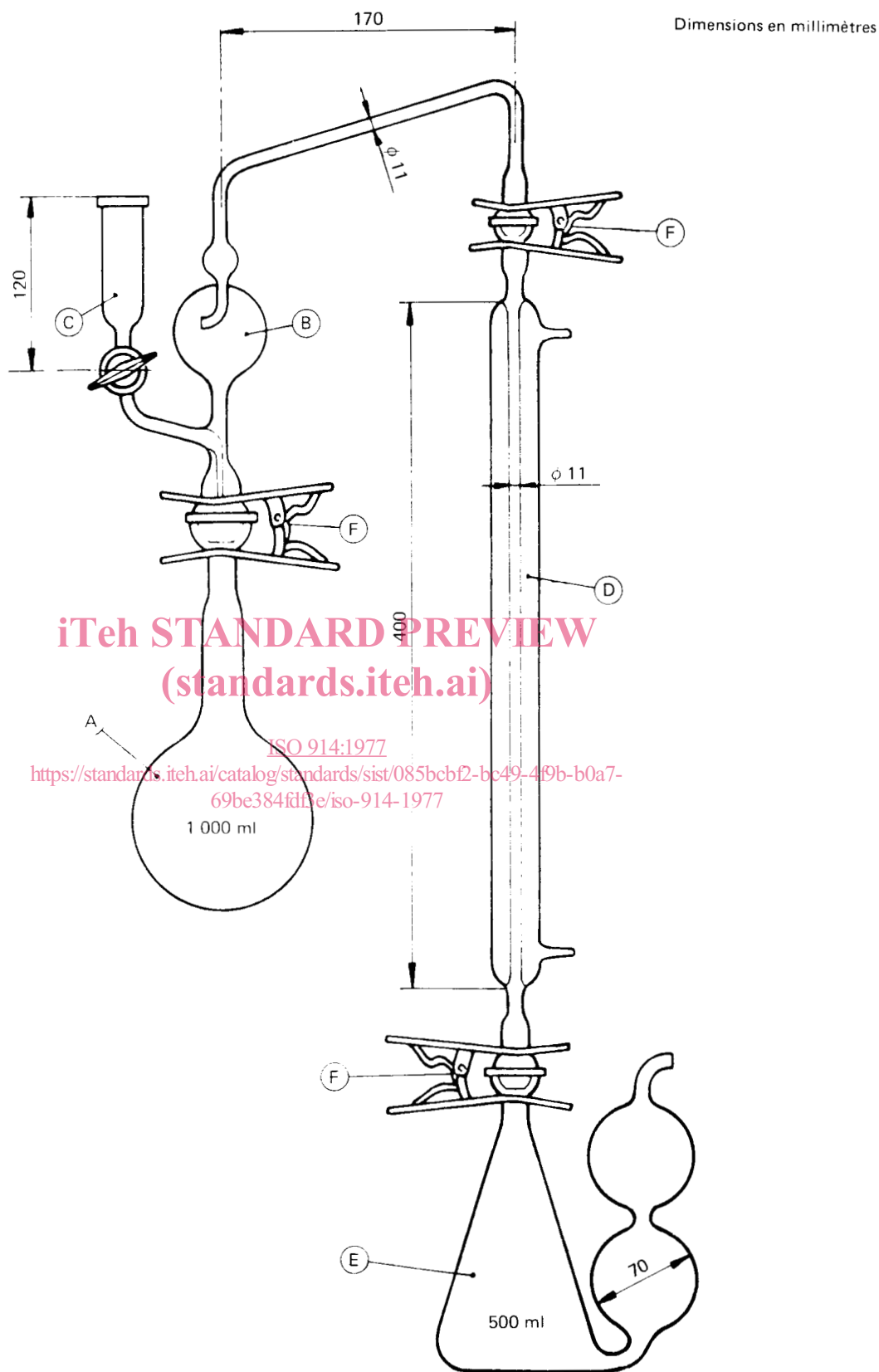


FIGURE — Exemple d'appareil de distillation (4.2)

ANNEXE

PUBLICATIONS ISO RELATIVES À L'ACIDE SULFURIQUE ET AUX OLÉUMS À USAGE INDUSTRIEL

ISO 910 – Détermination de l'acidité totale et calcul de la teneur en trioxyde de soufre libre des oléums – Méthode titrimétrique.

ISO 911 – Évaluation de la concentration en acide sulfurique par mesurage de la masse volumique.*

ISO 912 – Dosage du dioxyde de soufre – Méthode gravimétrique à l'état de sulfate de baryum.

ISO 913 – Dosage du résidu fixe calciné – Méthode gravimétrique.

ISO 914 – Dosage de l'azote total – Méthode titrimétrique après distillation.

ISO/R 915 – Dosage du fer – Méthode spectrophotométrique au 2,2'-bipyridyle.

ISO 2363 – Dosage des oxydes d'azote – Méthode spectrophotométrique au xylénol-2,4.

ISO 2717 – Dosage du plomb – Méthode photométrique à la dithizone.

ISO 2877 – Dosage des chlorures – Méthode potentiométrique.*

ISO 2899 – Dosage de l'azote ammoniacal – Méthode spectrophotométrique.

ISO 3423 – Dosage du dioxyde de soufre – Méthode iodométrique.

ISO 5792 – Dosage de l'arsenic – Méthode photométrique au diéthylthiocarbamate d'argent.*

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 914:1977

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/085bcbf2-bc49-4f9b-b0a7-69be384fd13e/iso-914-1977>

* Applicable uniquement à l'acide sulfurique.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 914:1977

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/085bcbf2-bc49-4f9b-b0a7-69be384fd3e/iso-914-1977>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 914:1977

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/085bcbf2-bc49-4f9b-b0a7-69be384fd3e/iso-914-1977>