



NORME INTERNATIONALE ISO 1592-1977 (F)

FICHE D'AMENDEMENT

Publiée 1979-06-15

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

Urée à usage industriel – Dosage de l'azote – Méthode titrimétrique après distillation

MODIFICATION À L'AVANT-PROPOS (*Page de couverture intérieure*)

Le comité membre du Royaume-Uni vient de retirer sa désapprobation concernant la présente Norme internationale. En conséquence, le Royaume-Uni doit figurer dans la liste des pays dont les comités membres ont approuvé le document.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 1592:1977](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f0ab6e9b-bea2-4a62-bd4f-60b43091ad4d/iso-1592-1977)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f0ab6e9b-bea2-4a62-bd4f-60b43091ad4d/iso-1592-1977>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1592:1977

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f0ab6e9b-bea2-4a62-bd4f-60b43091ad4d/iso-1592-1977>

NORME INTERNATIONALE 1592

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

Urée à usage industriel — Dosage de l'azote — Méthode titrimétrique après distillation

Urea for industrial use — Determination of nitrogen content — Titrimetric method after distillation

Première édition — 1977-11-15

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 1592:1977](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f0ab6e9b-bea2-4a62-bd4f-60b43091ad4d/iso-1592-1977)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f0ab6e9b-bea2-4a62-bd4f-60b43091ad4d/iso-1592-1977>

CDU 661.717.5 : 543.846

Réf. n° : ISO 1592-1977 (F)

Descripteurs : urée, 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 1592:1970 peut, du point de vue technique, être transformée. La présente Norme internationale remplace donc la Recommandation ISO/R 1592:1970 à laquelle elle est techniquement identique.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f0ab6e9b-bea2-4a62-bd4f-60b43091ad4d/iso-1592-1977>

Les comités membres des pays suivants avaient approuvé la Recommandation ISO/R 1592 :

Afrique du Sud, Rép. d'	Grèce	Portugal
Allemagne	Hongrie	Roumanie
Australie	Inde	Suède
Autriche	Iran	Suisse
Belgique	Israël	Tchécoslovaquie
Brésil	Italie	Thaïlande
Canada	Nouvelle-Zélande	Turquie
Égypte, Rép. arabe d'	Pays-Bas	U.R.S.S.
Espagne	Pérou	Yougoslavie
France	Pologne	

Le comité membre du pays suivant l'avait désapprouvée pour des raisons techniques :

Royaume-Uni

Le comité membre du Royaume-Uni a également désapprouvé la transformation de la recommandation en Norme internationale.

Urée à usage industriel – Dosage de l'azote – 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 dans l'urée à usage industriel.

2 PRINCIPE

Transformation de l'azote présent dans une prise d'essai en ammoniac par traitement à chaud avec une solution d'acide sulfurique concentré, en présence d'un catalyseur. 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 Sulfate de cuivre(II) pentahydraté ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$).

3.2 Acide sulfurique, ρ 1,84 g/ml environ, solution à 96 % (m/m) ou 36 N environ.

3.3 Hydroxyde de sodium, solution à 450 g/l.

3.4 Acide sulfurique, solution titrée 0,5 N.

3.5 Hydroxyde de sodium, solution titrée 0,5 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.

4 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et

4.1 Ballon de Kjeldahl, de capacité 500 ml, muni d'un bouchon piriforme.

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

Peser, à 0,001 g près, 5 g environ de l'échantillon pour essai et les introduire dans le ballon de Kjeldahl (4.1).

5.2 Essai à blanc

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

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.

5.3 Dosage

5.3.1 Préparation de la solution d'essai

Ajouter, dans le ballon de Kjeldahl (4.1) contenant la prise d'essai (5.1), 25 ml d'eau, 50 ml de la solution d'acide sulfurique (3.2) et 0,75 g du sulfate de cuivre (3.1). Placer le bouchon piriforme sur l'ouverture du ballon de Kjeldahl et chauffer légèrement jusqu'à disparition complète du dioxyde de carbone. Augmenter progressivement le chauffage jusqu'à dégagement de fumées blanches et poursuivre le chauffage durant 20 min. Laisser refroidir et ajouter, avec précaution, en refroidissant et en agitant, 300 ml d'eau.

Transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 500 ml, compléter au volume et homogénéiser.

5.3.2 Distillation

Introduire, dans le ballon de distillation (A), 50,0 ml de la solution d'essai (5.3.1). Ajouter 300 ml environ d'eau, quelques gouttes de la solution de l'indicateur mixte (3.6) et quelques petits morceaux de pierre ponce.

Enduire les joints de l'appareil avec une graisse à la silicone. Monter, sur le ballon (A), le tube à distiller muni de l'ampoule de garde (B) et relier celui-ci au réfrigérant (D).

Introduire, dans la fiole (E), 40,0 ml de la solution titrée d'acide sulfurique (3.4), 80 ml environ d'eau et quelques gouttes de la solution de l'indicateur mixte (3.6). Relier la fiole (E) au réfrigérant (D), en assurant la parfaite tenue de tous les joints de l'appareil au moyen des pinces (F) dans le cas des joints sphériques.

À l'aide de l'entonnoir (C), introduire, dans le ballon (A), la quantité de la solution d'hydroxyde de sodium (3.3) nécessaire à la neutralisation et ajouter ensuite un excès de 25 ml de cette solution, en prenant soin de laisser une garde d'au moins quelques millimètres de liquide au-dessus du robinet.

Distiller jusqu'à l'obtention, dans la fiole (E), d'un volume de 250 à 300 ml. 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).

5.3.3 Titration

Homogénéiser soigneusement la solution contenue dans la fiole (E) et dans les deux boules latérales, 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, exprimée en pourcentage en masse d'azote (N), est donnée par la formule

$$\begin{aligned} & (V_1 - V_2) \times 0,007\,004 \times \frac{500}{50} \times \frac{100}{m} \\ &= \frac{7,004 (V_1 - V_2)}{m} \end{aligned}$$

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);

0,007 004 est la masse, en grammes, d'azote correspondant à 1 ml de solution d'acide sulfurique 0,5 N exactement.

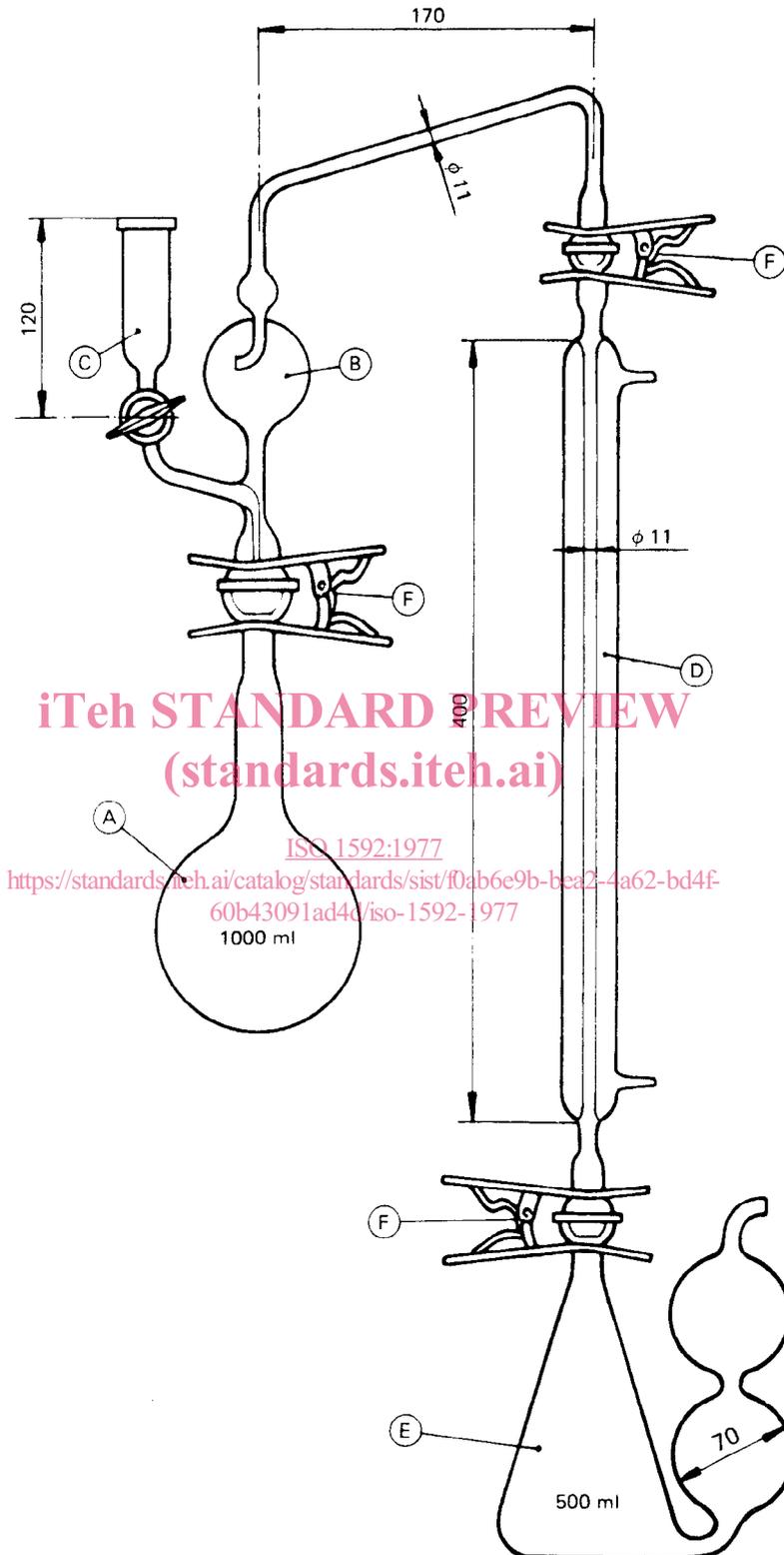
NOTE — Si les solutions titrées employées n'ont pas exactement la concentration prévue dans la liste des réactifs, une correction appropriée doit être appliquée.

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.

Dimensions en millimètres



iTeh STANDARD REVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1592:1977

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f0ab6e9b-bea2-4a62-bd4f-60b43091ad40/iso-1592-1977>

FIGURE — Exemple d'appareil de distillation (4.2)

ANNEXE

PUBLICATIONS ISO RELATIVES À L'URÉE À USAGE INDUSTRIEL

ISO 1592 – Dosage de l'azote – Méthode titrimétrique après distillation.

ISO 1593 – Détermination de l'alcalinité – Méthode titrimétrique.

ISO 1594 – Détermination des cendres.

ISO/R 1595 – Dosage du fer – Méthode photométrique au 2,2'-bipyridyle.

ISO 2749 – Mesurage du pH d'une solution d'urée à concentration conventionnelle de 100 g/l – Méthode potentiométrique.

ISO 2750 – Détermination de la coloration d'une solution urée-formaldéhyde, en unités Hazen (échelle platine-cobalt).

ISO 2751 – Détermination du coefficient tampon – Méthode potentiométrique.

ISO 2752 – Mesurage de la variation de pH en présence de formaldéhyde – Méthode potentiométrique.

ISO 2753 – Dosage de l'eau – Méthode de Karl Fischer.

ISO 2754 – Dosage du biuret – Méthode photométrique.

ISO 4274 – Dosage du biuret – Méthodes par absorption atomique dans la flamme et par photométrie d'absorption.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 1592:1977](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f0ab6e9b-bea2-4a62-bd4f-60b43091ad4d/iso-1592-1977)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f0ab6e9b-bea2-4a62-bd4f-60b43091ad4d/iso-1592-1977>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1592:1977

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f0ab6e9b-bea2-4a62-bd4f-60b43091ad4d/iso-1592-1977>