

---

---

**Engrais — Détermination des  
différentes formes d'azote dans  
un même échantillon d'engrais  
contenant l'azote sous forme  
nitrique ammoniacale, uréique et  
cyanamidique**

*Fertilizers — Determination of different forms of nitrogen in the  
same sample, containing nitrogen as nitric, ammoniacal, urea and  
cyanamide nitrogen*

Document Preview

ISO 15604:2016

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/6bdc9c1a-f5c5-4609-973c-1ad47813c64f/iso-15604-2016>



iTeh Standards  
(<https://standards.iteh.ai>)  
Document Preview

ISO 15604:2016

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/6bdc9c1a-f5c5-4609-973c-1ad47813c64f/iso-15604-2016>



**DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT**

© ISO 2016

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office  
Case postale 401 • Ch. de Blandonnet 8  
CH-1214 Vernier, Genève  
Tél.: +41 22 749 01 11  
Fax: +41 22 749 09 47  
E-mail: [copyright@iso.org](mailto:copyright@iso.org)  
Web: [www.iso.org](http://www.iso.org)

Publié en Suisse

# Sommaire

Page

<b>Avant-propos</b>	<b>iv</b>
<b>1 Domaine d'application</b>	<b>1</b>
<b>2 Références normatives</b>	<b>1</b>
<b>3 Termes et définitions</b>	<b>1</b>
<b>4 Principe</b>	<b>1</b>
4.1 Azote total soluble et insoluble	1
4.2 Formes d'azote soluble	2
4.2.1 Généralités	2
4.2.2 Azote total soluble	2
4.2.3 Azote total soluble, à l'exception de l'azote nitrique	2
4.2.4 Azote nitrique par différence	2
4.2.5 Azote ammoniacal	2
4.2.6 Azote uréique	2
4.2.7 Azote cyanamidé	3
<b>5 Réactifs</b>	<b>3</b>
<b>6 Appareillage</b>	<b>5</b>
<b>7 Échantillonnage et préparation de l'échantillon</b>	<b>10</b>
<b>8 Mode opératoire</b>	<b>10</b>
8.1 Azote total soluble et insoluble	10
8.1.1 En l'absence de nitrates	10
8.1.2 En présence de nitrates	11
8.2 Formes d'azote soluble	12
8.2.1 Préparation de la solution à analyser	12
8.2.2 Azote total soluble	13
8.2.3 Azote total soluble, à l'exception de l'azote nitrique	14
8.2.4 Azote nitrique	15
8.2.5 Azote ammoniacal	15
8.2.6 Azote uréique	16
8.2.7 Azote cyanamidé	18
<b>9 Vérification des résultats</b>	<b>18</b>
<b>10 Rapport d'essai</b>	<b>18</b>
<b>Bibliographie</b>	<b>19</b>

## 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 en général 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. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier, de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir [www.iso.org/directives](http://www.iso.org/directives)).

L'attention est attirée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir [www.iso.org/brevets](http://www.iso.org/brevets)).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: [www.iso.org/iso/fr/avant-propos.html](http://www.iso.org/iso/fr/avant-propos.html).

L'ISO 15604 a été élaborée par le CEN/TC 260 en tant qu'EN 15604:2009 et a été adoptée (sans autres modifications que celles stipulées ci-après) par le comité technique ISO/TC 134, *Engrais et amendements*.<sup>16</sup>

Les modifications suivantes ont été apportées:

- a) 5.2: p.a. = pro analysis = qualité analytique;
- b) 6.2: ajout de «voir la [Figure 1](#)».

# Engrais — Détermination des différentes formes d'azote dans un même échantillon d'engrais contenant l'azote sous forme nitrique ammoniacale, uréique et cyanamidique

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination d'une forme d'azote quelle qu'elle soit, en présence d'une autre forme, quelle qu'elle soit.

La méthode s'applique à tout engrais indiqué dans l'Annexe I du Règlement (CE) n° 2003/2003<sup>[2]</sup> contenant de l'azote sous différentes formes.

## 2 Références normatives

Les documents suivants, en tout ou partie, sont référencés de façon normative dans le présent document et sont indispensables pour son application. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 3696, *Eau pour laboratoire à usage analytique* — *Spécification et méthodes d'essai*

ISO 14820-2, *Engrais et amendements minéraux basiques* — *Échantillonnage et préparation de l'échantillon* — *Partie 2: Préparation des échantillons*

ISO 25475, *Engrais* — *Détermination de l'azote ammoniacal*

EN 12944-1, *Engrais et amendements calciques et/ou magnésiens* — *Vocabulaire* — *Partie 1: termes généraux*

EN 12944-2, *Engrais et amendements calciques et/ou magnésiens* — *Vocabulaire* — *Partie 2: termes relatifs aux engrais*

EN 15562, *Engrais* — *Détermination de l'azote cyanamidé*

## 3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions donnés dans l'EN 12944-1 et l'EN 12944-2 s'appliquent.

## 4 Principe

### 4.1 Azote total soluble et insoluble

Suivant la liste des engrais types donnée dans l'Annexe I du Règlement (CE) n° 2003/2003<sup>[2]</sup>, cette détermination s'applique aux produits contenant de la cyanamide calcique.

En l'absence de nitrates, l'échantillon d'essai est minéralisé par digestion Kjeldahl directe.

En présence de nitrates, l'échantillon d'essai est minéralisé par digestion Kjeldahl après réduction, à l'aide de fer métallique et de chlorure stanneux.

Dans les deux cas, l'ammoniac est déterminé conformément à l'ISO 25475.

NOTE Si l'analyse fait apparaître une teneur en azote insoluble supérieure à 0,5 %, on conclut que l'engrais contient d'autres formes d'azote insoluble non comprises dans la liste de l'Annexe I du Règlement (CE) n° 2003/2003[2].

## 4.2 Formes d'azote soluble

### 4.2.1 Généralités

Les formes d'azote solubles référencées de 4.2.2 à 4.2.7 sont déterminées à partir de parties aliquotes différentes, prélevées dans la même solution d'échantillon d'essai.

### 4.2.2 Azote total soluble

**4.2.2.1** En l'absence de nitrates, par digestion Kjeldahl directe. L'ammoniac est ensuite déterminé (par la même méthode que celle décrite dans l'ISO 25475).

**4.2.2.2** En présence de nitrates, par digestion Kjeldahl sur une partie aliquote provenant de la solution après réduction selon Ulsch. L'ammoniac est ensuite déterminé (par la même méthode que celle décrite dans l'ISO 25475).

### 4.2.3 Azote total soluble, à l'exception de l'azote nitrique

Par digestion Kjeldahl après élimination en milieu acide de l'azote nitrique au moyen de sulfate ferreux. L'ammoniac est ensuite déterminé (par la même méthode que celle décrite dans l'ISO 25475).

### 4.2.4 Azote nitrique par différence

**4.2.4.1** En l'absence de cyanamide calcique, en calculant la différence entre l'azote déterminé comme résumé en 4.2.2.2 et celui déterminé comme résumé en 4.2.3 ou en calculant la différence entre l'azote total soluble (voir 4.2.2) et la somme d'azote ammoniacal et d'azote organique uréique (4.2.5 + 4.2.6).

**4.2.4.2** En présence de cyanamide calcique, en calculant la différence entre l'azote déterminé comme résumé en 4.2.2.2 et celui déterminé comme résumé en 4.2.3 ou en calculant la différence entre l'azote déterminé comme résumé en 4.2.2.2 et la somme de celui déterminé comme résumé en 4.2.5, 4.2.6 et 4.2.7.

### 4.2.5 Azote ammoniacal

**4.2.5.1** En présence uniquement d'azote ammoniacal et d'azote ammoniacal plus nitrique, conformément à l'ISO 25475.

**4.2.5.2** En présence d'azote uréique et/ou d'azote cyanamidé par distillation à froid après avoir rendu le milieu légèrement alcalin, l'ammoniac est absorbé dans une solution étalon d'acide sulfurique, puis dosé conformément à l'ISO 25475.

### 4.2.6 Azote uréique

**4.2.6.1** Par transformation au moyen d'uréase en ammoniaque qui est titré à l'aide d'une solution étalon d'acide chlorhydrique.

ou

**4.2.6.2** Par gravimétrie au xanthidrol: le biuret coprécipité peut être assimilé à l'azote uréique sans grande erreur, sa teneur restant généralement faible en valeur absolue dans les engrais composés.

ou

**4.2.6.3** Par différence suivant le [Tableau 1](#).

**Tableau 1 — Détermination de l'azote uréique par différence**

Cas	Azote nitrique	Azote ammoniacal	Azote cyanamidique	Différence
1	Absent	Présent	Présent	(4.2.2.1) - (4.2.5.2 + 4.2.7)
2	Présent	Présent	Présent	(4.2.3) - (4.2.5.2 + 4.2.7)
3	Absent	Présent	Absent	(4.2.2.1) - (4.2.5.2)
4	Présent	Présent	Absent	(4.2.3) - (4.2.5.2)

#### 4.2.7 Azote cyanamidé

Par précipitation à l'état de composé argentique, l'azote étant dosé dans le précipité par la méthode de Kjeldahl.

## 5 Réactifs

### 5.1 Généralités.

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau distillée ou déminéralisée de qualité 3 conformément à l'ISO 3696.

**5.2 Sulfate de potassium**, p.a. (p.a. = pro analysis = qualité analytique).

**5.3 Fer en poudre**, réduit à l'hydrogène.

La quantité spécifiée de fer doit pouvoir réduire au moins 50 mg d'azote nitrique.

**5.4 Thiocyanate de potassium**, p.a.

**5.5 Nitrate de potassium**, p.a.

**5.6 Sulfate d'ammonium**, p.a.

**5.7 Urée**, p.a.

**5.8 Acide sulfurique dilué.**

Diluer un volume d'acide sulfurique ( $\rho_{20} = 1,84 \text{ g/ml}$ ) dans un volume d'eau.

**5.9 Solution étalon d'acide sulfurique**,  $c = 0,1 \text{ mol/l}$ .

**5.10 Solution d'hydroxyde de sodium**, solution aqueuse à environ 30 % (concentration en masse), exempte d'ammoniac.

**5.11 Solution étalon d'hydroxyde de sodium ou de potassium**,  $c = 0,2 \text{ mol/l}$ , exempte de carbonates.

### 5.12 Solution de chlorure stanneux.

Dissoudre 120 g de  $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  dans 400 ml d'acide chlorhydrique concentré ( $\rho_{20} = 1,18 \text{ g/ml}$ ) et compléter à 1 l avec de l'eau. La solution doit être parfaitement claire et préparée immédiatement avant l'usage.

Il est indispensable de vérifier le pouvoir réducteur du chlorure stanneux: dissoudre 0,5 g de  $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  dans 2 ml d'acide chlorhydrique concentré ( $\rho_{20} = 1,18 \text{ g/ml}$ ) et compléter à 50 ml avec de l'eau. Ajouter ensuite 5 g de sel de Seignette (tartrate double de sodium et de potassium), puis une quantité suffisante de bicarbonate de sodium pour que la solution soit alcaline au papier de tournesol.

Titrer à l'aide d'une solution d'iode ( $\text{I}_2$ ) à  $c = 0,05 \text{ mol/l}$  en présence d'une solution d'amidon comme indicateur.

1 ml de solution d'iode ( $\text{I}_2$ ) à  $c = 0,05 \text{ mol/l}$  correspond à 0,011 28 g de  $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ .

Au moins 80 % de l'étain total présent dans la solution ainsi préparée doit se trouver sous forme bivalente. Pour le titrage, il convient d'utiliser au moins 35 ml de la solution d'iode ( $\text{I}_2$ ) à  $c = 0,05 \text{ mol/l}$ .

### 5.13 Acide sulfurique, $\rho_{20} = 1,84 \text{ g/ml}$ .

### 5.14 Acide chlorhydrique dilué.

Mélanger un volume d'acide chlorhydrique ( $\rho_{20} = 1,18 \text{ g/ml}$ ) avec un volume d'eau.

### 5.15 Acide acétique, 96 % à 100 %.

### 5.16 Solution d'acide sulfurique, contenant environ 30 % de $\text{H}_2\text{SO}_4$ (concentration en masse).

### 5.17 Sulfate ferreux, $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ cristallisé.

### 5.18 Solution étalon d'acide sulfurique, $c = 0,05 \text{ mol/l}$ .

### 5.19 Alcool octylique.

### 5.20 Solution saturée de carbonate de potassium.

### 5.21 Solution étalon d'hydroxyde de sodium ou de potassium, $c = 0,1 \text{ mol/l}$ (exempte de carbonates).

### 5.22 Solution saturée d'hydroxyde de baryum.

### 5.23 Solution de carbonate de sodium, à 10 % (concentration en masse).

### 5.24 Acide chlorhydrique, $c = 2 \text{ mol/l}$ .

### 5.25 Solution étalon d'acide chlorhydrique, $c = 0,1 \text{ mol/l}$ .

### 5.26 Solution d'uréase.

Mettre en suspension 0,5 g d'uréase active dans 100 ml d'eau. À l'aide d'acide chlorhydrique à  $0,1 \text{ mol/l}$  (5.25), ajuster le pH à 5,4 mesuré au pH-mètre.

**5.27 Xanthhydrol.**

Utiliser une solution à 5 % dans l'éthanol ou le méthanol (5.32) (ne pas utiliser de produits donnant une forte proportion d'insoluble). La solution peut être conservée pendant trois mois en flacon bien bouché, à l'abri de la lumière.

**5.28 Catalyseur.**

Utiliser 0,3 g à 0,4 g par dosage d'oxyde de cuivre ou une quantité équivalente de sulfate de cuivre pentahydraté de 0,95 g à 1,25 g par dosage.

**5.29 Granulés modérateurs d'ébullition**, lavés à l'acide chlorhydrique et calcinés.

**5.30 Solutions d'indicateurs.****5.30.1 Solution A.**

Dissoudre 1 g de rouge de méthyle dans 37 ml de solution d'hydroxyde de sodium à 0,1 mol/l et compléter à 1 l avec de l'eau.

**5.30.2 Solution B.**

Dissoudre 1 g de bleu de méthylène dans de l'eau et compléter à 1 l.

**5.30.3 Mélange des solutions d'indicateurs.**

Mélanger un volume de la solution A avec deux volumes de la solution B.

La couleur de cet indicateur vire au violet en solution acide, au gris en solution neutre et au vert en solution alcaline. Utiliser 0,5 ml (10 gouttes) de cette solution d'indicateur.

**5.30.4 Solution d'indicateur de rouge de méthyle.**

Dissoudre 0,1 g de rouge de méthyle dans 50 ml d'éthanol à 95 %. Compléter à 100 ml avec de l'eau et filtrer si nécessaire. Il est possible d'utiliser cet indicateur (quatre ou cinq gouttes) au lieu de celui décrit en 5.30.3.

**5.31 Papiers indicateurs**, tournesol, bleu de bromothymol (ou autres papiers sensibles aux pH = 6 à pH = 8).

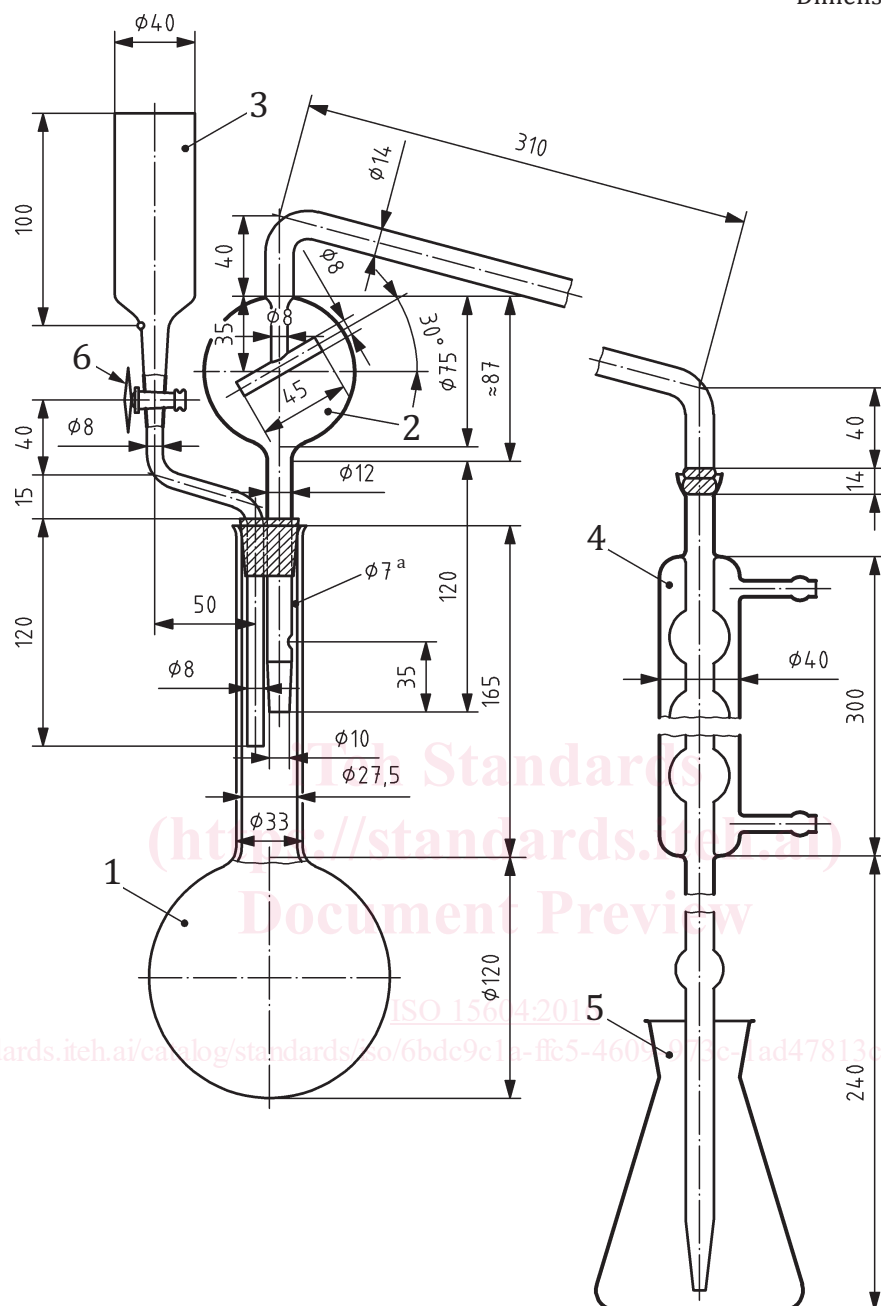
**5.32 Éthanol ou méthanol**, solution à 95 %.

**6 Appareillage****6.1 Appareil à distiller.**

Appareil à distiller consistant en un ballon à fond rond de capacité convenable raccordé à un réfrigérant au moyen d'une ampoule de garde. L'appareillage est en verre borosilicaté.

NOTE Les différents types d'appareillages recommandés pour ce dosage sont reproduits dans les Figures 1, 2, 3 et 4, avec toutes les caractéristiques de construction.

Un appareil à distiller automatique peut également être utilisé, dans la mesure où les résultats sont statistiquement équivalents.



### Légende

- 1 ballon à fond rond et col long d'une capacité de 1 000 ml
- 2 tube à distiller avec ampoule de garde, raccordé au réfrigérant au moyen d'un joint sphérique (n° 18) (le joint sphérique raccordant le ballon au réfrigérant peut être remplacé par un raccord en caoutchouc approprié)
- 3 entonnoir à robinet en polytétrafluoroéthylène (PTFE) (6) pour l'introduction d'hydroxyde de sodium (le robinet peut également être remplacé par un raccord en caoutchouc muni d'une pince)
- 4 réfrigérant à six boules avec joint sphérique (n° 18) à l'entrée, et raccordé à la sortie à un tube de prolongement en verre par un petit raccord en caoutchouc (lorsque le raccord au tube à distiller est un tube en caoutchouc, le joint sphérique peut être remplacé par un bouchon en caoutchouc approprié)
- 5 fiole de 500 ml dans laquelle est collecté le distillat
- 6 robinet en PTFE
- a Orifice.

**Figure 1 — Appareil à distiller 1**