
NORME INTERNATIONALE



2363

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

Acide sulfurique et oléums à usage industriel — Dosage des oxydes d'azote — Méthode spectrophotométrique au xylénol-2,4

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Première édition — 1972-11-15

[ISO 2363:1972](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7e688f4b-7a4c-4be9-9692-5ba01e5949ad/iso-2363-1972>

CDU 661.25 : 546.173/.175 : 543.422

Réf. N° : ISO 2363-1972 (F)

Descripteurs : acide sulfurique, analyse chimique, dosage, spectrophotométrie, azote, oxyde d'azote.

Prix basé sur 4 pages

AVANT-PROPOS

ISO (Organisation Internationale de Normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (Comités Membres ISO). L'élaboration de Normes Internationales est confiée aux Comités Techniques 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 2363 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 47, *Chimie*.

Elle fut approuvée en novembre 1971 par les Comités Membres des pays suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	Hongrie	Roumanie
Allemagne	Inde	Royaume-Uni
Autriche	Irlande	Suisse
Belgique	Israël	Tchécoslovaquie
Chili	Italie	Thaïlande
Corée, Rép.dém.p. de	Nouvelle-Zélande	U.R.S.S.
Egypte, Rép. arabe d'	Pays-Bas	Yougoslavie
France	Pologne	

Aucun Comité Membre n'a désapprouvé le document.

Acide sulfurique et oléums à usage industriel – Dosage des oxydes d'azote – Méthode spectrophotométrique au xylénol-2,4

1 OBJET

La présente Norme Internationale spécifie une méthode spectrophotométrique au xylénol-2,4 pour le dosage des oxydes d'azote dans l'acide sulfurique et dans les oléums à usage industriel.

2 DOMAINE D'APPLICATION

La méthode est applicable au dosage des teneurs en oxydes d'azote, exprimées en azote (N), égales ou supérieures à 0,000 02 % (*m/m*).

3 RÉFÉRENCE

ISO/R 910, *Acide sulfurique et oléums à usage industriel – Détermination de l'acidité totale et calcul de la teneur en SO₃ libre dans les oléums – Méthode volumétrique.*

4 PRINCIPE

Oxydation de l'azote nitreux en azote nitrique par le permanganate de potassium.

Réaction de l'azote nitrique avec le xylénol-2,4 dans des conditions définies, pour former un dérivé nitré. Distillation du dérivé nitré et absorption dans une solution d'hydroxyde de sodium. Mesurage spectrophotométrique du nitrophénol coloré en jaune à une longueur d'onde aux environs de 445 nm.

5 RÉACTIFS

Au cours de l'analyse, n'utiliser que de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

5.1 Acétate de mercure(II) (Hg(CH₃COO)₂).

5.2 Acide sulfurique ρ 1,84 g/ml environ, solution à 96 % (*m/m*) ou 36 N environ (exempt d'oxydes d'azote).

Pour assurer la complète élimination des oxydes d'azote, procéder comme suit : ajouter avec précaution 80 ml d'acide sulfurique ρ 1,84 g/ml à 20 ml environ d'eau et chauffer ensuite jusqu'à fumées blanches. Refroidir et répéter deux fois la dilution et le chauffage.

5.3 Xylénol-2,4, solution acétique à 10 g/l.

Dissoudre 1 g de xylénol-2,4 dans l'acide acétique cristallisable ρ 1,05 g/ml, solution 17,4 N environ, et compléter le volume à 100 ml avec le même acide.

Préparer la solution au moment de l'emploi.

5.4 Permanganate de potassium, solution 0,1 N environ.

Dissoudre 3,16 g de permanganate de potassium dans de l'eau et compléter le volume à 1 000 ml.

5.5 Hydroxyde de sodium, solution 2 N environ.

Dissoudre 80 g d'hydroxyde de sodium dans de l'eau et après refroidissement, transférer la solution dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Compléter au volume et homogénéiser.

5.6 Peroxyde d'hydrogène, solution à 1 g/l.

5.7 Nitrate de potassium, solution étalon ayant une teneur en azote (N) de 0,500 g/l.

Façonner, à 1 mg près, 3,609 g de nitrate de potassium, préalablement desséché à la température de 120 °C et refroidi en dessiccateur. Les introduire dans une fiole jaugée de 1 000 ml, les dissoudre dans un peu d'eau, compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 500 µg de N.

5.8 Nitrate de potassium, solution étalon ayant une teneur en azote (N) de 0,050 g/l.

Prélever 50,0 ml de la solution étalon de nitrate de potassium (5.7), les introduire dans une fiole jaugée de 500 ml, compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 50 µg de N.

6 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et

6.1 Pipette à peser, capacité 50 ml environ, à bouchons rodés.

6.2 Bain d'eau, réglable à la température de $35 \pm 1^\circ\text{C}$.

6.3 Appareil à distillation, à joints rodés coniques, composé, par exemple, des éléments suivants (voir Figure) :

6.3.1 Ballon à distiller, capacité 250 ml (à joint femelle).

6.3.2 Tube à dégagement, coudé à 75° (à joints mâles).

6.3.3 Réfrigérant de Liebig, à circulation d'eau, longueur utile, 450 mm environ (à joint femelle), se raccordant au tube à dégagement (6.3.2).

6.4 Spectrophotomètre.

7 MODE OPÉRATOIRE

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

Remplir la pipette à peser (6.1) avec l'échantillon pour essai et prélever en pesant par différence, à 0,1 g près, une prise d'essai de 20 g environ.

S'il s'agit d'acide sulfurique de concentration supérieure à 75 % (m/m) ou d'oléum¹⁾, recevoir la prise d'essai sur la glace pilée placée dans le ballon à distiller (6.3.1) et calculer la quantité de glace, de manière que la concentration de la solution qui en résulte soit environ 75 % (m/m). S'il s'agit d'acide sulfurique de concentration inférieure à 75 % (m/m), introduire la prise d'essai dans le ballon à distiller (6.3.1) et ajouter la quantité de la solution d'acide sulfurique (5.2) nécessaire pour amener la concentration finale de la solution à 75 % (m/m) environ. Au cours de ces opérations, la température du mélange acide doit être inférieure à 35°C .

NOTE – Si le dosage ultérieur conduit à une teneur en oxydes d'azote supérieure à 0,000 5 % (m/m) ou s'il s'avère a priori que cette teneur sera supérieure à cette teneur limite, réduire convenablement la prise d'essai et parfaire la masse à 20 g environ par ajout de la solution d'acide sulfurique (5.2). Tenir compte de cette dilution dans le calcul final.

7.2 Essai à blanc

Effectuer, suivant le même mode opératoire, un essai à blanc avec la même quantité de glace pilée et de tous les réactifs utilisés pour l'analyse en remplaçant la prise d'essai par une quantité correspondante de la solution d'acide sulfurique (5.2).

7.3 Établissement de la courbe d'étalonnage

Procéder à la préparation des solutions témoins par une distillation pour chaque terme de la courbe d'étalonnage (voir 7.3.1.2).

7.3.1 Préparation des solutions témoins, se rapportant à des mesurages spectrophotométriques effectués avec un parcours optique de 4 cm.

7.3.1.1 Préparation des dilutions

Dans une série de 10 fioles jaugées de 100 ml, introduire respectivement les volumes suivants de la solution étalon d'azote (5.8) :

Volume de la solution étalon d'azote (5.8)	Masse correspondante de N
ml	µg
0*	0
2,0	100
4,0	200
6,0	300
8,0	400
10,0	500
12,0	600
14,0	700
16,0	800
20,0	1 000

* Solution de compensation

ISO 2363:1972

Compléter chaque solution au volume et homogénéiser.

7.3.1.2 Distillation pour chaque dilution

Procéder, pour chaque dilution (7.3.1.1), selon les modalités suivantes : placer le ballon à distiller (6.3.1) dans un bain d'eau et de glace, et introduire dans le ballon 10,0 ml d'une des dilutions (7.3.1.1) et 0,200 g d'acétate de mercure (II) (5.1)²⁾.

Ajouter ensuite très lentement, par petites fractions et tout en agitant de manière que la température reste toujours inférieure à 35°C , 20 ml de la solution d'acide sulfurique (5.2). Retirer le ballon du bain d'eau, ajouter 1 ml de la solution de xylénol-2,4 (5.3), agiter et placer le ballon dans le bain d'eau (6.2) réglé à la température de $35 \pm 1^\circ\text{C}$. Après 30 min, ajouter dans le ballon la quantité d'eau nécessaire pour amener le volume à 120 ml environ.

Relier le ballon à l'appareil de distillation, chauffer à l'ébullition et recueillir, dans un intervalle de 15 min environ, 60 ml de distillat dans une fiole jaugée de 100 ml, dans laquelle ont été déjà placés 10 ml de la solution d'hydroxyde de sodium (5.5). Lorsqu'un volume de 60 ml environ a été recueilli, arrêter la circulation d'eau du réfrigérant et distiller encore quelques millilitres. Refroidir la fiole jaugée contenant le distillat jusqu'à la température ambiante, compléter au volume et homogénéiser.

1) Déterminer l'acidité totale de l'acide sulfurique ou de l'oléum suivant ISO/R 910.

2) L'ajout d'acétate de mercure(II) s'est avéré nécessaire pour éviter l'interférence des chlorures.

Les distillats recueillis et amenés à 100 ml auront les teneurs suivantes en azote (N) : 0 – 10 – 20 – 30 – 40 – 50 – 60 – 70 – 80 – 100 µg.

7.3.2 Mesures spectrophotométriques

Effectuer les mesurages au spectrophotomètre (6.4) à une longueur d'onde aux environs de 445 nm, après avoir ajusté l'appareil au zéro d'absorbance par rapport à la solution de compensation.

7.3.3 Tracé de la courbe d'étalonnage

Tracer un graphique en portant, par exemple, sur l'axe des abscisses, les valeurs, exprimées en microgrammes, des quantités d'azote (N) contenues dans 100 ml de solution témoin et sur l'axe des ordonnées, les valeurs correspondantes d'absorbance mesurées.

7.4 Dosage

7.4.1 Distillation

Ajouter, dans le ballon à distiller, contenant la solution d'essai (7.1) 0,200 g d'acétate de mercure (5.1) et la quantité de la solution de permanganate de potassium (5.4) nécessaire pour atteindre une coloration rose stable pendant quelques minutes. Décolorer ensuite la solution par ajout de quelques gouttes de la solution de peroxyde d'hydrogène (5.6), ajouter 1 ml de la solution de xylénol 2,4 (5.3), agiter et placer le ballon dans le bain d'eau (6.2) réglé à la température de 35 ± 1 °C.

Après 30 min, ajouter dans le ballon la quantité d'eau nécessaire pour amener le volume à 120 ml environ. Relier le ballon à l'appareil de distillation, chauffer à l'ébullition et recueillir, dans un intervalle de 15 min environ, 60 ml de distillat dans une fiole jaugée de 100 ml dans laquelle ont déjà été placés 10 ml de la solution d'hydroxyde de sodium (5.5). Lorsqu'un volume de 60 ml environ a été recueilli, arrêter la circulation d'eau du réfrigérant et distiller encore quelques millilitres.

Refroidir la fiole jaugée contenant le distillat jusqu'à la température ambiante, compléter au volume et homogénéiser.

7.4.2 Mesure spectrophotométrique

Effectuer le mesurage spectrophotométrique selon les modalités décrites en 7.3.2, après avoir ajusté l'appareil au zéro d'absorbance par rapport à la solution de l'essai à blanc (7.2).

8 EXPRESSION DES RÉSULTATS

Au moyen de la courbe d'étalonnage (voir 7.3.3), déterminer la quantité d'azote correspondant à la valeur des mesures spectrophotométriques. La teneur en oxydes d'azote, exprimée en azote (N), est donnée, en pourcentage en masse, par la formule

$$\frac{m_1 \times 100}{m_0}$$

où

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai;

m_1 est la masse, en grammes, d'azote trouvée.

9 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 où dans le document auquel il est fait référence, ou facultatives.

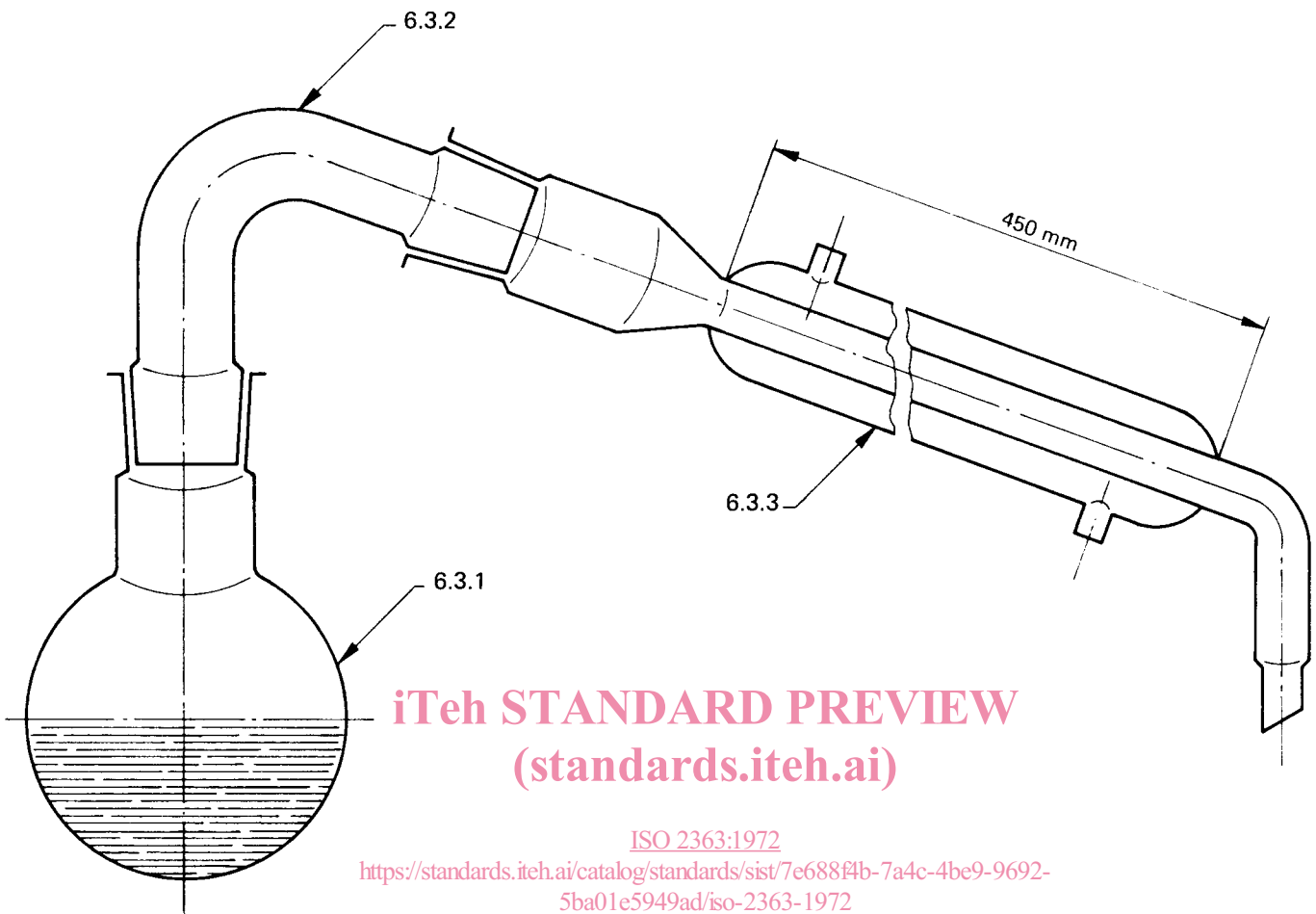


FIGURE — Appareil à distillation typique

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2363:1972

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7e688f4b-7a4c-4be9-9692-5ba01e5949ad/iso-2363-1972>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2363:1972

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7e688f4b-7a4c-4be9-9692-5ba01e5949ad/iso-2363-1972>