
NORME INTERNATIONALE 2754

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

Urée à usage industriel — Dosage du biuret — Méthode photométrique

Première édition — 1973-12-01
iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 2754:1973](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dc762d62-1a1b-4df3-93af-744a58822e9c/iso-2754-1973)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dc762d62-1a1b-4df3-93af-744a58822e9c/iso-2754-1973>

CDU 661.717.5 : 547.298 : 543.42

Réf. No : ISO 2754-1973 (F)

Descripteurs : urée, dosage, biuret, photométrie.

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 2754 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 47, *Chimie*, et soumise aux Comités Membres en juin 1972.

Elle a été approuvée par les Comités Membres des pays suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'
Allemagne
Autriche
Belgique
France
Hongrie
Inde

Irlande
Italie
Nouvelle-Zélande
Pologne
Portugal
Roumanie
Royaume-Uni

[ISO 2754:1973](#)

Suède

Suisse

Thaïlande

Turquie

U.R.S.S.

Cette Norme Internationale a également été approuvée par l'Union Internationale de Chimie Pure et Appliquée (IUPAC).

Le Comité Membre du pays suivant a désapprouvé le document pour des raisons techniques :

Pays-Bas

Urée à usage industriel – Dosage du biuret – Méthode photométrique

1 OBJET

La présente Norme Internationale spécifie une méthode photométrique pour le dosage du biuret ($\text{H}_2\text{N.CO.NH.CO.NH}_2$) dans l'urée à usage industriel.

2 DOMAINE D'APPLICATION

La méthode est applicable au dosage du biuret dans l'urée à usage industriel. Les sels ammoniacaux, exprimés en NH_3 , présents dans la partie aliquote prélevée pour le dosage en quantités supérieures à 15 mg, gênent ce dosage et doivent être préalablement éliminés.

2.1 Cas particulier

Présence, dans la partie aliquote sur laquelle est effectué le dosage, de quantités de sels ammoniacaux, exprimés en NH_3 , supérieures à 15 mg (voir chapitre 8).

3 PRINCIPE

Formation d'un complexe de coloration rouge-violette entre le biuret et le sulfate de cuivre en présence d'une solution alcaline de tartrate de sodium et de potassium. Mesurage photométrique du complexe coloré à une longueur d'onde aux environs de 550 nm.

4 RÉACTIFS

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

4.1 Sulfate de cuivre(II) solution à 15 g/l.

Dissoudre 15 g de sulfate de cuivre(II) pentahydraté ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) dans de l'eau, compléter le volume à 1 000 ml et homogénéiser.

4.2 Tartrate de sodium et potassium, solution alcaline à 50 g/l.

Dissoudre 50,0 g de tartrate de sodium et de potassium tétrahydraté ($\text{NaKC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) dans de l'eau, ajouter 40 g d'hydroxyde de sodium, préalablement lavé, afin d'éliminer la couche extérieure, compléter le volume à 1 000 ml et homogénéiser.

4.3 Acide sulfurique, solution 0,1 N environ.

4.4 Hydroxyde de sodium, solution 0,1 N environ.

4.5 Biuret, solution étalon à 2,00 g/l.

4.5.1 Purification du biuret

Laver le biuret [$(\text{NH}_2\text{CO})_2\text{NH}$] avec une solution ammoniacale à 100 g/l et ensuite avec de l'eau, jusqu'à l'élimination de l'ammoniaque. Éliminer l'eau par lavage avec de l'acétone et, enfin, sécher le produit à 105 °C environ.

4.5.2 Préparation de la solution

Peser, à 0,001 g près, 1 g de biuret purifié (4.5.1). Le dissoudre dans environ 450 ml d'eau et amener la solution à pH 7 par ajout, selon le cas, de la solution d'acide sulfurique (4.3) ou d'hydroxyde de sodium (4.4), en contrôlant à l'aide du papier indicateur (4.6). Transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 500 ml, compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 2,00 mg de biuret.

4.6 Papier indicateur, au bleu de bromothymol, ou papier indicateur couvrant l'intervalle de pH de 6 à 8.

5 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Bain d'eau, réglable à 25 ± 1 °C.

5.2 Spectrophotomètre, ou

5.3 Photocolorimètre.

6 MODE OPÉRATOIRE

6.1 Prise d'essai

Peser, à 0,01 g près, 50 g de l'échantillon pour essai.

6.2 Essai à blanc

Effectuer parallèlement au dosage, et suivant le même mode opératoire, un essai à blanc avec les mêmes quantités de tous les réactifs que celles utilisées pour le dosage.

6.3 Établissement de la courbe d'étalonnage

6.3.1 *Préparation des solutions témoins* se rapportant à des mesurages photométriques effectués en cuves de 4 ou de 5 cm.

Dans une série de six fioles jaugées de 100 ml, introduire les volumes de la solution étalon de biuret (4.5) indiqués dans le tableau suivant :

Solution étalon de biuret (4.5)	Masse correspondante de biuret
ml	mg
0 ¹⁾	0
0,50	1
5,0	10
15,0	30
25,0	50
40,0	80

1) Solution de compensation.

Ajouter, dans chaque fiole, d'abord la quantité d'eau nécessaire pour atteindre environ 50 ml, puis successivement, en homogénéisant après chaque ajout, 20 ml de la solution de tartrate de sodium et potassium (4.2) et 20 ml de la solution de sulfate de cuivre (4.1). Compléter au volume et homogénéiser. Immerger les fioles dans le bain d'eau (5.1) réglé à 25 ± 1 °C et les maintenir pendant environ 20 min en agitant de temps en temps.

6.3.2 Mesures photométriques

Dans un délai de 30 min au maximum, effectuer les mesurages photométriques à l'aide du spectrophotomètre (5.2) à une longueur d'onde aux environs de 550 nm, ou du photolorimètre (5.3) muni de filtres appropriés, après avoir ajusté l'appareil au zéro d'absorbance par rapport à la solution de compensation.

6.3.3 Tracé de la courbe d'étalonnage

Tracer un graphique, en portant, par exemple, sur l'axe des abscisses les valeurs, exprimées en milligrammes, des masses de biuret contenues dans 100 ml de solution témoin et sur l'axe des ordonnées, les valeurs correspondantes de l'absorbance.

6.4 Dosage

6.4.1 Préparation de la solution d'essai

Placer la prise d'essai (6.1) dans un bécher de capacité convenable (400 ml, par exemple) et la dissoudre avec 100 ml environ d'eau.

Amener la solution à pH 7 par ajout, selon le cas, de la solution d'acide sulfurique (4.3) ou d'hydroxyde de sodium (4.4), en contrôlant à l'aide du papier indicateur (4.6).

Transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 250 ml, compléter au volume et homogénéiser.

6.4.2 Développement de la coloration

Prélever une partie aliquote de la solution d'essai (6.4.1) contenant de 10 à 80 mg de biuret et la placer dans une fiole jaugée de 100 ml. Ajouter ensuite, en homogénéisant après chaque ajout, 20 ml de la solution de tartrate de sodium et de potassium (4.2) et 20 ml de la solution de sulfate de cuivre (4.1). Compléter au volume et homogénéiser. Immerger la fiole dans le bain d'eau (5.1) réglé à 25 ± 1 °C et maintenir à cette température pendant environ 20 min.

6.4.3 Mesures photométriques

Effectuer les mesurages photométriques de la solution d'essai et de la solution de l'essai à blanc selon les modalités décrites en 6.3.2 après avoir ajusté l'appareil au zéro d'absorbance par rapport à l'eau.

NOTE – Si la solution d'essai (6.4.1) est trouble et/ou colorée, prélever une partie aliquote correspondant à celle utilisée pour le développement de la coloration et la soumettre au même mode opératoire, en omettant toutefois l'ajout de la solution de sulfate de cuivre. Utiliser cette solution pour ajuster l'appareil au zéro d'absorbance pour le mesurage de la solution d'essai.

Si la solution d'essai (6.4.1) est trouble, on peut, en variante, avant de procéder à la correction du pH comme indiqué en 6.4.1, opérer comme suit :

Ajouter à la solution 2 ml de solution d'acide chlorhydrique environ N, agiter énergiquement et filtrer sous vide sur un creuset en verre fritté (porosité comprise entre 5 et 15 μ m). Laver le filtre et le bécher avec un peu d'eau, recueillir quantitativement les filtrats dans un bécher et procéder à la correction du pH et à la dilution d'après les indications données au deuxième alinéa de 6.4.1.

7 EXPRESSION DES RÉSULTATS

Au moyen de la courbe d'étalonnage (voir 6.3.3), déterminer la quantité de biuret correspondant aux valeurs des mesurages photométriques. La teneur en biuret $[(\text{NH}_2\text{CO})_2\text{NH}]$ est donnée, en pourcentage en masse, par la formule

$$\frac{(m_1 - m_2) \times D \times 100}{m_0}$$

où

D est le rapport entre le volume de la solution d'essai et le volume de la partie aliquote prélevée pour la réaction colorée;

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

m_1 est la masse, en grammes, de biuret trouvée dans la partie aliquote de la solution d'essai;

m_2 est la masse, en grammes, de biuret trouvée dans la partie aliquote correspondante de la solution de l'essai à blanc.

8 CAS PARTICULIER

Présence, dans la partie aliquote sur laquelle est effectué le dosage, de quantités de sels ammoniacaux, exprimés en NH_3 , supérieures à 15 mg.

NOTE — La teneur approximative en sels ammoniacaux peut être estimée à partir de la mesure de la variation de pH en présence de formaldéhyde (voir ISO 2752). Lorsque cette mesure conduit à une consommation de solution d'hydroxyde de sodium 0,05 N supérieure à 90 ml, il est nécessaire, si la quantité d'urée contenue dans la partie aliquote sur laquelle est effectué le dosage du biuret est supérieure à 10 g, de procéder selon la technique décrite dans le présent cas particulier.

8.1 Principe

Élimination de l'azote ammoniacal par passage sur une résine échangeuse de cations.

Dosage du biuret dans l'éluat d'après la méthode précédente.

8.2 Réactifs

Réactifs indiqués au chapitre 4, et

8.2.1 Résine pour échange cationique, forte.

NOTE — Les résines DOWEX 50 et AMBERLITE I-R 120, par exemple, répondent à cette condition.

8.3 Appareillage

Appareillage indiqué au chapitre 5, et

8.3.1 Colonne pour résine pourvue d'un robinet à son extrémité inférieure. Hauteur : 320 mm et diamètre intérieur : 8 mm.

8.4 Mode opératoire

8.4.1 Prise d'essai

Peser, à 0,01 g près, 20 g de l'échantillon pour essai.

8.4.2 Essai à blanc

Voir 6.2.

8.4.3 Établissement de la courbe d'étalonnage

Voir 6.3.

8.4.4 Dosage

8.4.4.1 CONDITIONNEMENT DE LA RÉSINE

Traiter par décantation 100 g de résine (8.2.1) avec quatre portions de 250 ml chacune de solution d'acide chlorhydrique 4 N environ et ensuite avec 1 000 ml d'eau.

8.4.4.2 PRÉPARATION DE LA COLONNE

Introduire la résine (8.4.4.1) conditionnée dans la colonne (8.3.1) jusqu'à une hauteur de 200 mm, laver et remplir avec de l'eau jusqu'à un niveau situé à 5 mm au dessus de la résine.

8.4.4.3 PRÉPARATION DE LA SOLUTION D'ESSAI

Placer la prise d'essai (8.4.1) dans un béccher de capacité convenable (200 ml, par exemple) et la dissoudre avec environ 50 ml d'eau.

Faire passer la solution à travers la colonne (8.4.4.2), à une vitesse d'environ 150 ml/h. Recueillir l'éluat dans une fiole jaugée de 250 ml. Laver la résine avec de l'eau jusqu'à l'obtention d'un volume total d'environ 220 ml. Corriger l'acidité éventuelle de l'éluat par ajout de la solution d'hydroxyde de sodium (4.4) jusqu'à pH 7, en utilisant les papiers indicateurs (4.6). Compléter au volume et homogénéiser.

8.4.4.4 DÉVELOPPEMENT DE LA COLORATION

Voir 6.4.2.

8.4.4.5 MESURES PHOTOMÉTRIQUES

Voir 6.4.3.

8.5 Expression des résultats

Voir chapitre 7.

9 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

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

- référence de la méthode employée;
- 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 toutes opérations facultatives.

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2754:1973

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dc762d62-1a1b-4df3-93af-744a58822e9c/iso-2754-1973>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2754:1973

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dc762d62-1a1b-4df3-93af-744a58822e9c/iso-2754-1973>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 2754:1973](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dc762d62-1a1b-4df3-93af-744a58822e9c/iso-2754-1973>