
NORME INTERNATIONALE



2899

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

Acide sulfurique et oléums à usage industriel — Dosage de l'azote ammoniacal — Méthode spectrophotométrique

Sulphuric acid and oleums for industrial use — Determination of ammoniacal nitrogen content — Spectrophotometric method

Première édition — 1974-04-01

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 2899:1974](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7909ffd3-53ef-4223-9aaa-b54941a66e81/iso-2899-1974)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7909ffd3-53ef-4223-9aaa-b54941a66e81/iso-2899-1974>

CDU 661.25 : 546.171 : 543.42

Réf. N° : ISO 2899-1974 (F)

Descripteurs : acide sulfurique, analyse chimique, dosage, azote, azote ammoniacal, méthode spectrophotométrique.

AVANT-PROPOS

L'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 2899 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 47, *Chimie*, et soumise aux Comités Membres en septembre 1972.

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

Afrique du Sud, Rép. d'	Inde	Royaume-Uni
Allemagne	Irlande	Suède
Australie	Israël	Suisse
Autriche	Italie	Tchécoslovaquie
Belgique	Mexique	Thaïlande
Egypte, Rép. arabe d'	Nouvelle-Zélande	Turquie
Espagne	Pays-Bas	U.R.S.S.
France	Pologne	
Hongrie	Portugal	

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

Aucun Comité Membre n'a désapprouvé le document.

Acide sulfurique et oléums à usage industriel – Dosage de l'azote ammoniacal – Méthode spectrophotométrique

1 OBJET

La présente Norme Internationale spécifie une méthode spectrophotométrique du phénate de sodium et hypochlorite de sodium pour le dosage de l'azote ammoniacal dans l'acide sulfurique et les oléums à usage industriel.

2 DOMAINE D'APPLICATION

La méthode est applicable aux produits ayant une teneur en azote ammoniacal supérieure à 0,000 1 % (*m/m*). Le mode opératoire, tel qu'il est décrit, convient pour les teneurs comprises entre 0,000 1 et 0,000 5 % (*m/m*). Si l'acide analysé contient plus de 0,000 5 % (*m/m*) d'azote ammoniacal, la masse de la prise d'essai doit être réduite en conséquence.

3 PRINCIPE

Distillation, avec entraînement à la vapeur, de l'ammoniacque en présence d'un excès d'hydroxyde de sodium et recueil du distillat dans un excès de solution acide.

Neutralisation de l'excès d'acide et formation du complexe coloré par traitement par le phénate de sodium et l'hypochlorite de sodium, en présence d'acétone.

Mesurage spectrophotométrique de l'indophénol obtenu à une longueur d'onde aux environs de 630 nm.

4 RÉACTIFS

Au cours de l'analyse, n'utiliser que de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente, dont la teneur en azote ammoniacal est négligeable, et de la glace préparée à partir de cette eau.

NOTE – Vérifier la qualité de cette eau à l'aide du mélange phénate de sodium-hypochlorite de sodium. Opérer comme indiqué en 6.3.1 pour la préparation de la solution de compensation; aucune réaction colorée appréciable ne doit se produire.

4.1 Hydroxyde de sodium, solution à 350 g/l.

Faire bouillir cette solution durant 20 min pour éliminer les traces d'azote ammoniacal qu'elle peut contenir et ramener au volume de départ.

4.2 Acide sulfurique, solution 0,1 N environ.

4.3 Hydroxyde de sodium, solution N environ.

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

4.5 Phénohphtaléine, solution éthanolique à 10 g/l.

Dissoudre 1 g de phénohphtaléine dans de l'éthanol à 95 % (V/V) et compléter à 100 ml avec le même éthanol.

4.6 Acétone

4.7 Phénate de sodium, (phénolate de sodium) solution à 155 g/l environ.

Dissoudre 12,5 g de phénol dans 27 ml de solution d'hydroxyde de sodium 5 N environ et compléter le volume à 100 ml.

Placer immédiatement la solution à l'abri de la lumière.

Préparer la solution au moment de l'emploi.

4.8 Hypochlorite de sodium, solution à 10 g de chlore actif au litre.

Diluer convenablement une solution d'hypochlorite de sodium concentré (100 à 140 g de chlore actif par litre) préalablement étalonnée par une solution d'arsénite de sodium. Pour la dilution, ne pas utiliser de solutions d'hypochlorite de sodium à titre en chlore actif inférieur à 80 g/l.

Conserver cette solution dans un endroit frais et à l'abri de la lumière.

La solution est stable durant environ 4 semaines.

4.9 Chlorure d'ammonium, solution étalon correspondant à 1 g d'azote ammoniacal par litre.

Peser à 0,000 1 g près, 3,819 g de chlorure d'ammonium, préalablement séché à 100 °C et refroidi en dessiccateur. Les placer dans un bécher de capacité convenable, les dissoudre dans l'eau, transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 1 mg d'azote ammoniacal.

Renouveler la solution au moins chaque mois.

ISO 2899:1974
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7969dd3-53ef-4223-9aaa-b54941a66e81/iso-2899-1974>

4.10 Chlorure d'ammonium, solution étalon correspondant à 0,1 g d'azote ammoniacal par litre.

Prélever 50,0 ml de la solution étalon (4.9), les introduire dans une fiole jaugée de 500 ml, compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 0,1 mg d'azote ammoniacal.

Renouveler la solution au moins tous les 15 jours.

4.11 Chlorure d'ammonium, solution étalon correspondant à 1 mg d'azote ammoniacal par litre.

Prélever 10,0 ml de la solution étalon (4.10), les introduire dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 1 µg d'azote ammoniacal.

Préparer la solution au moment de l'emploi.

5 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Appareil, à joints rodés, pour la distillation en courant de vapeur. (voir figure donnée à titre d'exemple).

5.1.1 Composition

A) **Tube pour le recueil de l'eau de condensation**, relié d'un côté à un générateur de vapeur et de l'autre au ballon B.

B) **Ballon de distillation**, capacité 500 ml, muni d'un tube pour l'introduction de vapeur et d'une ampoule à robinet en PTFE¹⁾, fermée par un bouchon étanche, et relié au réfrigérant C par l'intermédiaire d'un dispositif antivésiculaire.

C) **Réfrigérant**, muni d'une allonge amincie plongeant dans la fiole conique D et équipé à sa base d'une coupelle en verre destinée à éviter que d'éventuelles condensations coulent dans la fiole D.

D) **Fiole conique ou éprouvette**, capacité 250 ml environ.

E) **Appareil de chauffage du ballon.**

5.1.2 Précautions à prendre avant, pendant et après l'utilisation.

L'appareil doit être étanche : veiller à ce que les joints rodés ne soient pas trop proches de la source de chaleur. Lorsque l'appareil est exposé à l'atmosphère du laboratoire, ses parois peuvent absorber des traces d'azote ammoniacal, qui ne s'éliminent pas par rinçage à l'eau. Il est indispensable de nettoyer l'appareil en effectuant une ou deux distillations «à blanc» en présence de solution d'hydroxyde de sodium.

1) Polytétrafluoroéthylène.

Après ces distillations, et entre les essais, maintenir l'appareil à l'abri de l'atmosphère du laboratoire : laisser l'ampoule hermétiquement fermée avec la pointe de l'allonge immergée dans de l'eau ou de l'acide dilué.

5.2 pH-mètre, muni d'une électrode en verre.

5.3 Spectrophotomètre.

6 MODE OPÉRATOIRE

6.1 Prise d'essai

Remplir une pipette à peser avec l'échantillon pour essai et prélever en pesant par différence, à 0,010 g près, une prise d'essai de 50 g environ.

Verser lentement, en refroidissant, la prise d'essai sur un peu de glace pilée, placée dans un béccher de capacité convenable.

6.2 Essai à blanc

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

6.3 Établissement de la courbe d'étalonnage

6.3.1 Préparation des solution témoins, rapportées à des mesurages spectrophotométriques effectués avec un parcours optique de 1 cm.

Dans une série de six fioles jaugées de 50 ml, introduire les volumes de la solution étalon de chlorure d'ammonium (4.11), indiqués dans le tableau suivant :

Solution étalon de chlorure d'ammonium (4.11)	Masse correspondante d'azote ammoniacal
ml	µg
0*	0
5,0	5
10,0	10
15,0	15
20,0	20
25,0	25

* Solution de compensation

Ajouter, dans chaque fiole, la quantité d'eau nécessaire pour atteindre 25 ml, puis 0,3 ml d'acétone (4.6) et agiter.

Introduire ensuite dans chaque fiole, tout en agitant et en utilisant une pipette à écoulement rapide, 10 ml de la solution de phenate de sodium (4.7) et immédiatement après, 5 ml de la solution d'hypochlorite de sodium (4.8), en utilisant dans ce cas aussi une pipette à écoulement rapide. Compléter au volume et homogénéiser.

Laisser reposer les fioles à l'abri de la lumière, à la température ambiante, durant 60 ± 5 min.

6.3.2 Mesures spectrophotométriques

Effectuer les mesurages spectrophotométriques en utilisant le spectrophotomètre (5.3) à une longueur d'onde aux environs de 630 nm, après avoir ajusté l'appareil au zéro d'absorbance par rapport à la solution de compensation.

6.3.3 Tracé de la courbe

Tracer un graphique en portant, par exemple, sur l'axe des abscisses les valeurs, exprimées en microgrammes, des quantités d'azote ammoniacal contenues dans 50 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

Verser, dans la fiole conique (D), 30 ml de la solution d'acide sulfurique (4.2).

Transvaser la prise d'essai (6.1) dans le ballon de distillation (B), en lavant soigneusement le béccher et en recueillant les eaux de lavage dans le ballon de distillation (volume final de la solution 100 ml environ).

Ajouter quelques gouttes de la solution de phénolphthaleïne (4.5) et relier le ballon à l'appareil de distillation.

Neutraliser la solution d'essai, tout en agitant et en refroidissant, au moyen de la solution d'hydroxyde de sodium (4.1) ajoutée à travers l'ampoule à robinet.

Ajouter ensuite 50 ml en excès de la solution d'hydroxyde de sodium (4.1) et la quantité d'eau nécessaire pour atteindre le volume de 300 ml environ. Au cours de ces additions, veiller à ce que quelques gouttes de solution demeurent au-dessus du robinet pour assurer l'étanchéité.

Fermer l'ampoule avec son bouchon. Chauffer le ballon jusqu'à début d'ébullition, et distiller en courant de vapeur réglé de façon à obtenir un bulle à bulle jusqu'à atteinte dans la fiole conique D d'un volume de 150 ml environ. Laver soigneusement l'extrémité du réfrigérant avec de l'eau et recueillir les eaux de lavage dans la fiole conique.

Amener ensuite le pH de la solution entre 6 et 7, d'abord au moyen de la solution d'hydroxyde de sodium (4.3), et ensuite au moyen de la solution d'hydroxyde de sodium (4.4), en contrôlant la valeur au pH-mètre (5.2).

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

6.4.2 Développement de la coloration

Prélever 25,0 ml de la solution d'essai (6.4.1) et les introduire dans une fiole jaugée de 50 ml. Tout en agitant après chaque addition, introduire 0,3 ml d'acétone (4.6) et,

à l'aide de pipettes à écoulement rapide, 10 ml de la solution de phénate de sodium (4.7) et, immédiatement après, 5 ml de la solution d'hypochlorite de sodium (4.8).

Compléter au volume, homogénéiser et laisser reposer ensuite à l'abri de la lumière, à la température ambiante durant 60 ± 5 min.

6.4.3 Mesures spectrophotométriques

Effectuer les mesurages spectrophotométriques de la solution colorée (6.4.2) et d'une partie aliquote correspondante 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.

7 EXPRESSION DES RÉSULTATS

Au moyen de la courbe d'étalonnage (6.3.3), déterminer la quantité d'azote ammoniacal correspondant aux valeurs des mesures spectrophotométriques.

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

$$\frac{(m_1 - m_2) \times D \times 100}{1\ 000\ 000 \times m_0} = \frac{(m_1 - m_2) \times D}{10\ 000 \times m_0}$$

où

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

m_1 est la masse, en microgrammes, d'azote ammoniacal trouvée dans la partie aliquote de la solution d'essai prélevée pour le développement de la coloration;

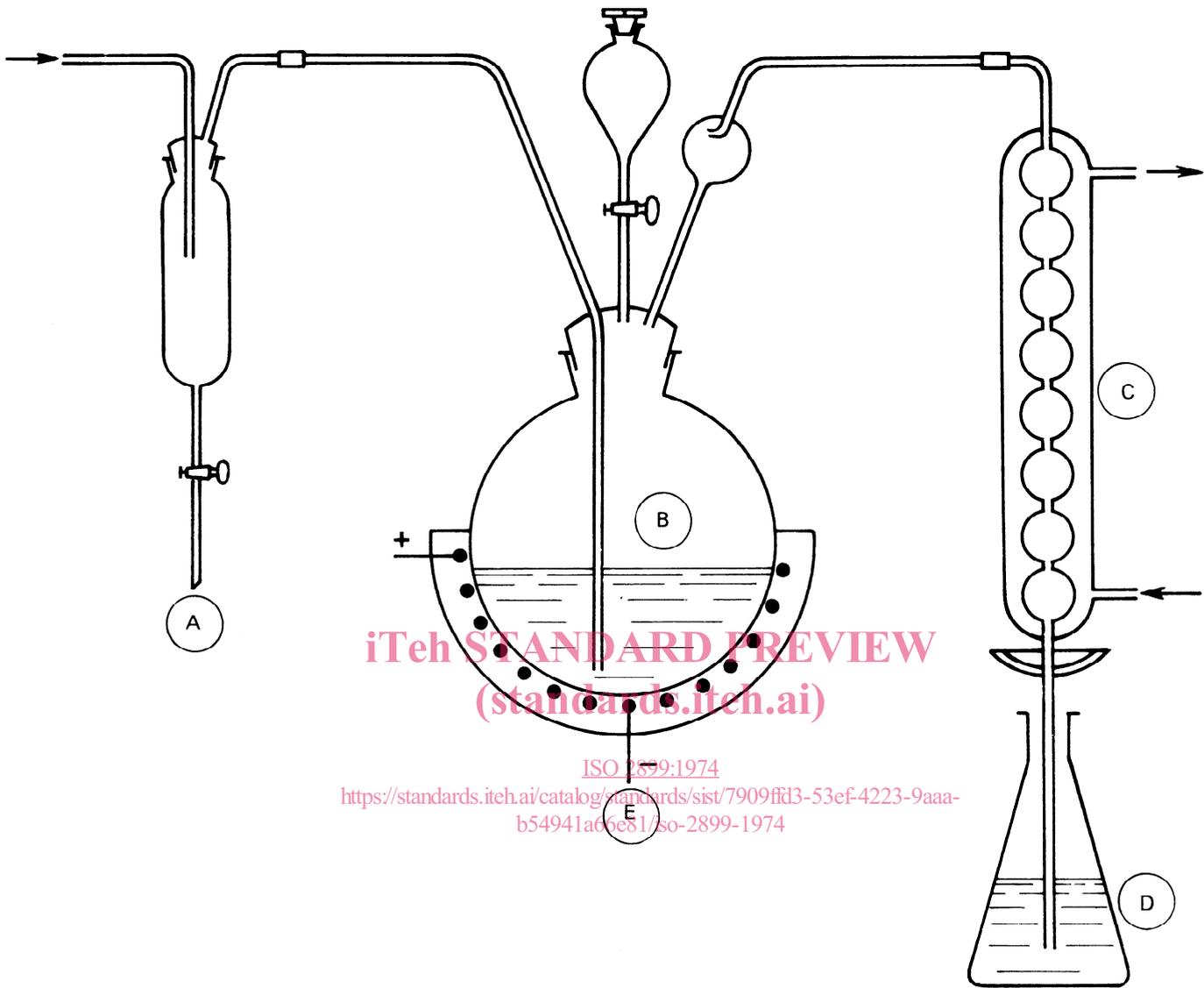
m_2 est la masse, en microgrammes, d'azote ammoniacal trouvée dans la partie aliquote correspondante de la solution de l'essai à blanc;

D est le rapport entre le volume de la solution d'essai (6.4.1) et la partie aliquote prélevée pour le développement de la coloration.

8 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 facultatives.



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 2899:1974
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7909ffd3-53ef-4223-9aaa-b54941ac6e81/iso-2899-1974>

FIGURE – Appareil pour la distillation en courant de vapeur

ANNEXE

Ce document fait partie de la série suivante concernant les méthodes d'essais de l'acide sulfurique et des oléums à usage industriel :

Acide sulfurique et oléums

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

ISO/R 913 – *Dosage du résidu fixe calciné – Méthode gravimétrique.*

ISO/R 914 – *Dosage de l'azote total – Méthode gravimétrique.*

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

ISO 3423 – *Dosage du dioxyde de carbone – Méthode iodométrique.*¹⁾

Acide sulfurique

ISO/R 911 – *Évaluation de la concentration en acide sulfurique par mesure de la masse volumique.*

ISO 2877 – *Dosage des chlorures – Méthode potentiométrique.*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 2899:1974](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7909ffd3-53ef-4223-9aaa-b54941a66e81/iso-2899-1974)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7909ffd3-53ef-4223-9aaa-b54941a66e81/iso-2899-1974>

1) Actuellement au stade de projet.

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2899:1974

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7909ffd3-53ef-4223-9aaa-b54941a66e81/iso-2899-1974>