
NORME INTERNATIONALE



3331

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

Nitrate d'ammonium à usage industriel – Dosage de l'azote total – Méthode titrimétrique après distillation

Ammonium nitrate for industrial use – Determination of total nitrogen content – Titrimetric method after distillation

iTeh STANDARD PREVIEW

Première édition – 1975-07-15

(standards.iteh.ai)

ISO 3331:1975

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5b277ef6-1b89-4594-9ad5-c2c1c2eb8655/iso-3331-1975>

CDU 661.525 : 546.17 : 543.24

Réf. n° : ISO 3331-1975 (F)

Descripteurs : nitrate d'ammonium, 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 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 3331 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 47, *Chimie*, et soumise aux Comités Membres en janvier 1974.

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

Afrique du Sud, Rép. d'	Finlande	ISO 3331:1975
Allemagne	France	Pologne
Belgique	Hongrie	Royaume-Uni
Bulgarie	Inde	Suisse
Chili	Israël	Tchécoslovaquie
Égypte, Rép. arabe d'	Italie	Thaïlande
Espagne	Pays-Bas	Turquie
		U.R.S.S.

Aucun Comité Membre n'a désapprouvé le document.

Nitrate d'ammonium à usage industriel — Dosage de l'azote total — 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 total dans le nitrate d'ammonium à usage industriel.

2 PRINCIPE

Transformation du nitrate en ammoniac en utilisant l'alliage de Devarda en solution alcaline, avec mise en liberté de l'ammoniac à partir des ions ammonium. Distillation de l'ammoniac provenant des deux réactions, absorption dans un excès de solution titrée d'acide sulfurique et titrage en retour par une solution titrée d'hydroxyde de sodium, en présence d'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 Alliage de Devarda (Al 45 % — Cu 50 % — Zn 5 %), en grains de 0,2 à 0,3 mm environ.

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

3.3 Acide sulfurique, solution titrée 0,5 N.

3.4 Hydroxyde de sodium, solution titrée 0,5 N.

3.5 Indicateur mixte, solution éthanolique.

Dissoudre 0,1 g de rouge de méthyle dans 50 ml environ d'éthanol à 95 % (V/V), ajouter 0,05 g de bleu de méthylène et, après dissolution, compléter le volume à 100 ml avec le même éthanol.

4 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et

4.1 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) :

4.1.1 Ballon de distillation (A), de capacité 1 000 ml, muni d'un joint sphérique femelle.

4.1.2 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.

4.1.3 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.

4.1.4 Fiole conique (E), de capacité 500 ml, munie d'un joint femelle et de deux boules latérales.

4.1.5 Pincettes à ressort (F).

5 MODE OPÉRATOIRE¹⁾

5.1 Prise d'essai

Peser, à 0,001 g près, 10 g environ de l'échantillon pour essai.

5.2 Essai à blanc

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

1) Le mode opératoire décrit correspond à l'appareillage spécifié en 4.1 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

Introduire la prise d'essai (5.1) dans une fiole jaugée de 500 ml, la dissoudre dans de l'eau, compléter au volume et homogénéiser.

5.3.2 Transformation du nitrate en ammoniac et distillation

Introduire, dans le ballon de distillation (A), 25,0 ml de la solution d'essai (5.3.1). Ajouter 200 ml environ d'eau, 5 g d'alliage de Devarda (3.1) 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 (3.3), 80 ml environ d'eau et quelques gouttes de la solution de l'indicateur mixte (3.5). Relier la fiole (E) au réfrigérant (D), en assurant la parfaite tenue de tous les joints de l'appareil au moyen des pinces (F).

À l'aide de l'entonnoir (C), introduire, dans le ballon (A), 25 ml de la solution d'hydroxyde de sodium (3.2) en prenant soin de laisser une garde d'au moins quelques millimètres de liquide au-dessus du robinet. Chauffer doucement pour amorcer la réaction, puis arrêter le chauffage.

Attendre 1 h, puis 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 (3.3) à l'aide de la solution titrée d'hydroxyde de sodium (3.4).

Au cours du titrage, agiter soigneusement pour assurer la parfaite homogénéité de la solution.

6 EXPRESSION DES RÉSULTATS

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

$$(V_1 - V_2) \times 0,007\,004 \times \frac{500}{25} \times \frac{100}{m} = \frac{14,008 (V_1 - V_2)}{m}$$

où

V_1 est le volume, en millilitres, de la solution titrée d'hydroxyde de sodium (3.4) utilisé pour le titrage en retour de l'excès de la solution titrée d'acide sulfurique (3.3) 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 (3.4) utilisé pour le titrage en retour de l'excès de la solution titrée d'acide sulfurique (3.3) placée dans la fiole (E) pour le dosage;

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai (5.1);

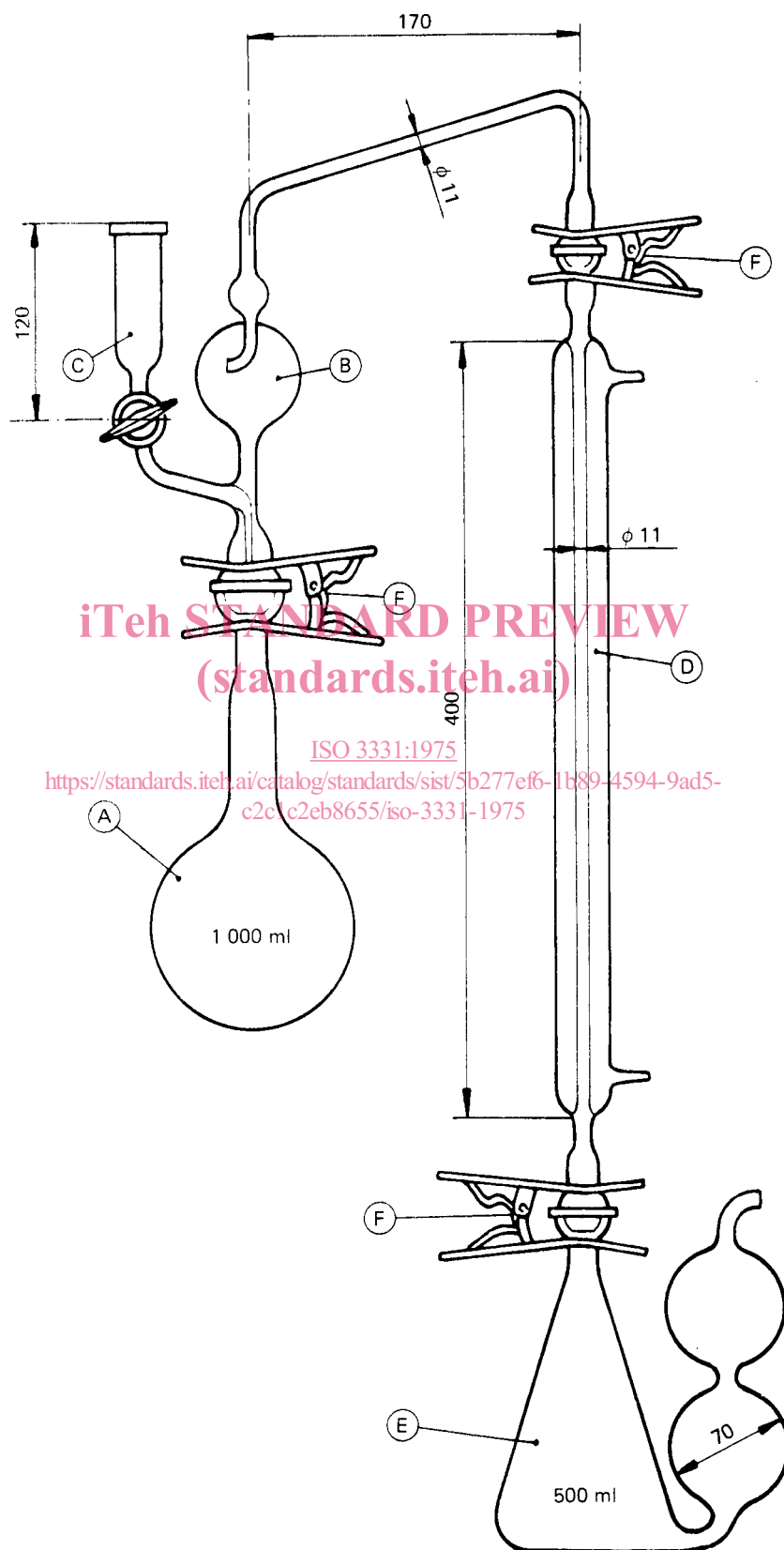
0,007 004 est la masse, en grammes, d'azote correspondant à 1 ml de solution titrée 0,5 N d'acide sulfurique.

NOTE - Si les solutions titrées employées n'ont pas exactement la concentration prévue dans la liste des réactifs, des corrections appropriées doivent être appliquées.

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 facultatives.



iTeh STANDARD PREVIEW
 (standards.iteh.ai)
 ISO 3331:1975
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5b277ef6-1b89-4594-9ad5-c2c0c2eb8655/iso-3331-1975>

FIGURE -- Exemple d'appareil de distillation (4.1)

ANNEXE

PUBLICATIONS ISO RELATIVES AU NITRATE D'AMMONIUM À USAGE INDUSTRIEL

ISO 2364 – Détermination de l'acidité libre – Méthode volumétrique.

ISO 2365 – Mesurage du PH – Méthode potentiométrique.

ISO 2995 – Détermination des matières insolubles dans l'eau – Méthode gravimétrique.

ISO 3329 – Dosage des sulfates – Méthode par réduction et titrimétrie.

ISO 3330 – Dosage de l'azote ammoniacal – Méthode titrimétrique après distillation.

ISO 3331 – Dosage de l'azote total – Méthode titrimétrique après distillation.

ISO 3695 – Dosage des chlorures – Méthode potentiométrique.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3331:1975

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5b277ef6-1b89-4594-9ad5-c2c1c2eb8655/iso-3331-1975>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3331:1975

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5b277ef6-1b89-4594-9ad5-c2c1c2eb8655/iso-3331-1975>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3331:1975

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5b277ef6-1b89-4594-9ad5-c2c1c2eb8655/iso-3331-1975>