NORME INTERNATIONALE 3695

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

Nitrate d'ammonium à usage industriel — Dosage des ions chlorure — Méthode potentiométrique

Ammonium nitrate for industrial use — Determination of chloride ions content — Potentiometric method

Première édition — 1977-12-15

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 3695:1977
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e167c869-bac4-4aea-803c-dcf65ee2dcd7/iso-3695-1977

CDU 661.525 : 546.132 : 543.257

Réf. nº : ISO 3695-1977 (F)

Descripteurs : nitrate d'ammonium, analyse chimique, dosage, chlorure, méthode potentiométrique.

Prix basé sur 4 pages

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 confiée aux comités techniques de l'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 3695 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 47, *Chimie*, et a été soumise aux comités membres en janvier 1975.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

ISO 3695:1977
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e167c869-bac4-4aea-803c-dcf65ee2dcd7/iso-3695-1977

Afrique du Sud, Rép. d'	Hongrie	Portugal
Allemagne	Inde	Roumanie
Autriche	Irlande	Royaume-Uni
Belgique	Israël	Suisse
Brésil	Italie	Turquie
Bulgarie	Nouvelle-Zélande	U.R.S.S.
Espagne	Pays-Bas	Yougoslavie
France	Pologne	

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

© Organisation internationale de normalisation, 1977 •

Imprimé en Suisse

Nitrate d'ammonium à usage industriel — Dosage des ions chlorure — Méthode potentiométrique

1 OBJET

La présente Norme internationale spécifie une méthode potentiométrique de dosage des ions chlorure dans le nitrate d'ammonium à usage industriel.

2 DOMAINE D'APPLICATION

La méthode est applicable aux produits dont la teneur en ions chlorure, exprimés en chlorure (Cl^-), est égale ou supérieure à 0,000 2 % (*m*/*m*).

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 3695:1977
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e167c809-bac4-4aea-803c-dcff6ee2cbd7/iso-3695-1977

3 PRINCIPE

Titrage potentiométrique des ions chlorure avec une solution de nitrate d'argent, en milieu acide nitrique-acétone-eau, suivi à l'aide d'électrodes en argent (électrode de mesurage) et au calomel (électrode de référence).

4 RÉACTIFS

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

4.1 Acétone.

4.2 Acide nitrique, ρ 1,40 g/ml environ, solution à 68 % (*m*/*m*) environ.

4.3 Nitrate d'argent, solution 0,1 N environ.

Dissoudre, dans une fiole jaugée de 500 ml, 8,5 g de nitrate d'argent, compléter au volume et homogénéiser.

Conserver la solution dans un flacon en verre brun.

4.4 Nitrate d'argent, solution 0,01 N environ.

Prélever 50 ml de la solution de nitrate d'argent (4.3), les introduire dans une fiole jaugée de 500 ml, compléter au volume et homogénéiser.

Préparer cette solution au moment de l'emploi.

4.5 Nitrate d'argent, solution 0,004 N environ.

Prélever 20 ml de la solution de nitrate d'argent (4.3), les introduire dans une fiole jaugée de 500 ml, compléter au volume et homogénéiser.

Préparer cette solution au moment de l'emploi.

4.6 Nitrate d'argent, solution 0,001 N environ.

Prélever 5 ml de la solution de nitrate d'argent (4.3), les introduire dans une fiole jaugée de 500 ml, compléter au volume et homogénéiser.

Préparer cette solution au moment de l'emploi.

4.7 Chlorure de potassium, solution étalon de référence 0,1 N.

Peser, à 0,000 1 g près, 3,727 6 g de chlorure de potassium préalablement séché durant 1 h à 130 °C environ et refroidi en dessiccateur. Les dissoudre dans un peu d'eau et transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 500 ml. Compléter au volume et homogénéiser.

Cette solution doit être fraîchement préparée.

4.8 Chlorure de potassium, solution étalon de référence 0,01 N.

Prélever 50,0 ml de la solution étalon de référence de chlorure de potassium (4.7), les introduire dans une fiole jaugée de 500 ml, compléter au volume et homogénéiser.

Cette solution doit être fraîchement préparée.

4.9 Chlorure de potassium, solution étalon de référence 0,004 N.

Prélever 20,0 ml de la solution étalon de référence de chlorure de potassium (4.7), les introduire dans une fiole jaugée de 500 ml, compléter au volume et homogénéiser.

Préparer cette solution au moment de l'emploi.

4.10 Chlorure de potassium, solution étalon de référence 0,001 N.

Prélever 5,0 ml de la solution étalon de référence de chlorure de potassium (4.7), les introduire dans une fiole jaugée de 500 ml, compléter au volume et homogénéiser.

Préparer cette solution au moment de l'emploi.

5 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Appareillage pour potentiométrie, comprenant

5.1.1 Potentiomètre, sensibilité 2 mV (potentiel de − 500 à + 500 mV).

5.1.2 Électrode au calomel, munie d'un réservoir de sûreté, remplie de solution saturée de chlorure de potassium.

5.1.3 Pont, contenant une solution saturée de nitrate de potassium, relié à l'électrode au calomel (5.1.2) et muni, à ses extrémités, de diaphragmes poreux.

NOTE – Ce pont n'est pas nécessaire si l'on utilise le couple d'électrodes argent-sulfate de mercure(I).

5.1.4 Électrode en argent.

NOTE – Pour la détermination de teneurs inférieures à 0,001 % (*m/m*), utiliser, au lieu d'une simple électrode en argent, une électrode en argent recouverte d'une couche de chlorure d'argent. Préparer cette électrode comme suit : électrolyser une solution d'acide chlorhydrique 0,1 N en employant, comme anode, l'électrode en argent (5.1.4) immergée de 5 cm environ et, comme cathode, une électrode en platine avec une densité de courant de 0,4 mA/cm^2 durant 30 min environ. Laver ensuite l'électrode ainsi préparée avec de l'eau courante durant au moins 24 h et la rincer enfin à l'eau distillée.

5.2 Agitateur électromagnétique, avec barreau enrobé de polytétrafluoroéthylène (PTFE).

5.3 Microburette, à pointe effilée, graduée en 0,01 ml.

6 MODE OPÉRATOIRE

Selon la teneur présumée en ions chlorure, opérer avec les solutions et les prises d'essai indiquées dans le tableau suivant :

Teneur présumée en ions chlorure, exprimés en Cl^-, % (*m/m*)	Solution de nitrate d'argent	Solution étalon de référence de chlorure de potassium	Masse de la prise d'essai
De 0,000 2 à 0,001 compris	0,001 N (4.6)	0,001 N (4.10)	50 g pesés à 0,01 g près
Supérieure à 0,001 et jusqu'à 0,01 compris	0,004 N (4.5)	0,004 N (4.9)	De 20 à 10 g pesés à 0,01 g près
Supérieure à 0,01 et jusqu'à 0,1 compris	0,01 N (4.4)	0,01 N (4.8)	De 10 à 1 g pesés à 0,001 g près
Supérieure à 0,1	0,1 N (4.3)	0,1 N (4.7)	De 3 à 1 g pesés à 0,001 g près

6.1 Étalonnage de la solution de nitrate d'argent

6.1.1 *Titrage*

Prélever 5,00 ml et 10,00 ml de la solution étalon de référence de chlorure de potassium appropriée et les introduire dans deux béchers de forme basse, de capacité convenable (par exemple 250 ml). Exécuter sur chacun d'eux le titrage suivant.

Ajouter 5 ml de la solution d'acide nitrique (4.2), 120 ml de l'acétone (4.1) et une quantité d'eau suffisante pour arriver au volume total de 150 ml environ. Introduire, dans le bécher, le barreau de l'agitateur électromagnétique (5.2), placer le bécher sur l'agitateur et mettre celui-ci en marche. Plonger, dans la solution, l'électrode en argent (5.1.4) ainsi que l'extrémité libre du pont (5.1.3), brancher les électrodes au potentiomètre (5.1.1) et noter la valeur du potentiel de départ, après avoir vérifié le zéro de l'appareil.

Titrer, à l'aide de la microburette (5.3), en ajoutant d'abord respectivement 4 ou 9 ml de la solution de nitrate d'argent correspondant à la normalité de la solution étalon de référence de chlorure de potassium utilisée. Poursuivre par ajouts successifs de fractions de 0,2 ml pour les solutions 0,001 N, de 0,1 ml pour les solutions 0,004 N et de 0,05 ml pour les solutions 0,01 N et 0,1 N. Attendre, après chaque ajout, la stabilisation du potentiel.

Noter, dans les deux premières colonnes d'un tableau, les volumes ajoutés au fur et à mesure, ainsi que les valeurs correspondantes des potentiels.

Dans une troisième colonne, noter les incréments successifs du potentiel E ($\Delta_1 E$). Noter, dans une quatrième colonne, les différences ($\Delta_2 E$), positives ou négatives, entre les incréments du potentiel ($\Delta_1 E$).

La fin du titrage correspond à l'addition de 0,2 ou 0,1 ou 0,05 ml (V_1) de la solution de nitrage d'argent, qui donne la valeur maximale de $\Delta_1 E$.

Pour calculer le volume exact, V_{EQ}, de la solution de nitrate d'argent correspondant à la fin de la réaction, appliquer la formule

$$V_{EQ} = V_0 + V_1 \times \frac{b}{B}$$

où

V_0 est le volume total, en millilitres, de la solution de nitrate d'argent, immédiatement inférieur au volume qui a donné l'incrément maximal de $\Delta_1 E$;

V_1 est le volume, en millilitres, de la solution de nitrate d'argent, correspondant à la dernière fraction ajoutée (0,2 ou 0,1 ou 0,05 ml);

b est la dernière valeur de $\Delta_2 E$ avec signe +;

B est la somme des valeurs absolues du dernier $\Delta_2 E$ avec signe + et du premier $\Delta_2 E$ avec signe − (voir exemple dans l'annexe A).

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 3695:1977
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e167c869-bac4-4aea-803c-dcf65ee2dcd7/iso-3695-1977

6.1.2 *Calcul du titre de la solution*

Le titre, T, de la solution de nitrate d'argent, exprimé en normalité, est donné par la formule

$$T = T_0 \times \frac{5}{V_2 - V_3}$$

où

T_0 est le titre, exprimé en normalité, de la solution étalon de référence de chlorure de potassium utilisée;

V_2 est la valeur, en millilitres, de V_{EQ}, correspondant au titrage de 10 ml de la solution étalon de référence de chlorure de potassium utilisée;

V_3 est la valeur, en millilitres, de V_{EQ}, correspondant au titrage de 5 ml de la solution étalon de référence de chlorure de potassium utilisée;

5 est la différence, en millilitres, entre les deux volumes prélevés de la solution étalon de référence de chlorure de potassium utilisée.

6.1.3 *Calcul de la valeur de l'essai à blanc*

La valeur de l'essai à blanc des réactifs, V_4, est donnée, en millilitres, par la formule

$$V_4 = 2V_3 - V_2$$

où V_2 et V_3 ont la même signification qu'en 6.1.2.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 3695:1977
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e167...dcf65ee2dcd7/iso-3695-1977

6.2 Dosage

6.2.1 *Prise d'essai*

Peser la prise d'essai indiquée dans le tableau du chapitre 6 et la transférer quantitativement dans un bécher de forme basse, de capacité convenable (par exemple 250 ml).

6.2.2 *Titrage*

Ajouter, à la prise d'essai (6.2.1) contenue dans le bécher, 20 ml d'eau, 5 ml de la solution d'acide nitrique (4.2), 120 ml de l'acétone (4.1) et une quantité d'eau suffisante pour arriver au volume total de 150 ml environ.

NOTE — Dans le cas d'une prise d'essai de 50 g, la dissoudre dans 35 ml d'eau; le volume total de la solution est d'environ 160 ml. Il n'est donc pas nécessaire d'ajouter de l'eau. Le rapport acétone/eau est encore favorable et permet un titrage satisfaisant.

Introduire, dans le bécher, le barreau de l'agitateur électromagnétique (5.2), placer le bécher sur l'agitateur et mettre celui-ci en marche. Plonger, dans la solution, l'électrode en argent (5.1.4) ainsi que l'extrémité libre du pont (5.1.3), brancher les électrodes au potentiomètre (5.1.1) et noter la valeur du potentiel de départ, après avoir vérifié le zéro de l'appareil.

Titrer avec la solution titrée de nitrate d'argent (choisie par rapport à la prise d'essai prélevée), par ajouts successifs, à l'aide de la microburette (5.3), de fractions de 0,2 ml pour les solutions 0,001 N, de 0,1 ml pour les solutions 0,004 N et de 0,05 ml pour les solutions 0,01 N et 0,1 N. Attendre, après chaque ajout, la stabilisation du potentiel.

Poursuivre le titrage selon les indications données en 6.1.1, à partir du quatrième alinéa : «Noter, dans les deux premières colonnes d'un tableau, . . .».

NOTE — Si la teneur en ions chlorure à déterminer est très faible et si le volume de la solution de nitrate d'argent de normalité appropriée, utilisé pour le dosage, est inférieur à 1 ml environ, ajouter, à la solution à doser, un volume connu et exactement mesuré (par exemple 5,00 ml) de la solution étalon de référence de chlorure de potassium de même normalité. Tenir compte de cet ajout dans le calcul du résultat.

7 EXPRESSION DES RÉSULTATS

La teneur en ions chlorure, exprimée en pourcentage en masse de chlorure (Cl^-), est donnée par la formule

$$(V_5 - V_4) \times T \times 0{,}035\,45 \times \frac{100}{m}$$

$$= \frac{3{,}545\,T\,(V_5 - V_4)}{m}$$

où

T est le titre, exprimé en normalité, de la solution de nitrate d'argent utilisée, déterminé selon 6.1.2;

V_4 est la valeur, en millilitres, de l'essai à blanc (6.1.3);

V_5 est la valeur, en millilitres, de V_{EQ}, correspondant au dosage (6.2.2);

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai (6.2.1);

0,035 45 est la masse, en grammes, d'ions chlorure correspondant à 1 ml de solution de nitrate d'argent 1 N exactement.

8 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

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

a) référence de la méthode utilisée;

b) résultats, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;

c) compte rendu de tous détails particuliers éventuels relevés au cours de l'essai;

d) compte rendu de toutes opérations non prévues dans la présente Norme internationale, ou de toutes opérations facultatives.

ANNEXE A

EXEMPLE

Volume de la solution de nitrate d'argent V	Potentiel E	$\Delta_1 E$	$\Delta_2 E$
ml	mV		
4,80	176		
4,90	211	35	
5,00	283	72	+ 37
5,10	306	23	− 49
5,20	319	13	− 10
$V_{EQ} = 4{,}9 + 0{,}1 \times \frac{37}{37 + 49} = 4{,}943$			

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ANNEXE B

ISO 3695:1977
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e167c869-bac4-4aea-803c-dcf65ee2dcd7/iso-3695-1977

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 ions chlorure — Méthode potentiométrique.

ISO 5791 — Dosage de l'eau — Méthode de Karl Fischer.

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3695:1977
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e167c869-bac4-4aea-803c-dcf65ee2dcd7/iso-3695-1977

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3695:1977
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e167c869-bac4-4aea-803c-dcf65ee2dcd7/iso-3695-1977