

---

# Norme internationale



# 4176

---

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

---

## Engrais — Dosage de l'azote nitrique — Méthode gravimétrique au nitron

*Fertilizers — Determination of nitrate nitrogen content — Nitrogen gravimetric method*

Première édition — 1981-04-01

ITEH STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

[ISO 4176:1981](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d3bab637-1dc2-4486-a1ca-30ca2a2c8ec1/iso-4176-1981)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d3bab637-1dc2-4486-a1ca-30ca2a2c8ec1/iso-4176-1981>

---

CDU 631.8 : 543.217.5

Réf. n° : ISO 4176-1981 (F)

Descripteurs : fertilisant, analyse chimique, dosage, azote, nitrate, méthode gravimétrique.

## 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 4176 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 134, *Fertilisants*, et a été soumise aux comités membres en octobre 1978.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

|                         |         |                  |
|-------------------------|---------|------------------|
| Afrique du Sud, Rép. d' | France  | Nouvelle-Zélande |
| Allemagne, R. F.        | Hongrie | Pays-Bas         |
| Australie               | Irlande | Pologne          |
| Bulgarie                | Israël  | Portugal         |
| Canada                  | Italie  | Roumanie         |
| Corée, Rép. de          | Kenya   | Royaume-Uni      |
| Égypte, Rép. arabe d'   | Mexique | Tchécoslovaquie  |
| Éthiopie                | Norvège | URSS             |

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

# Engrais — Dosage de l'azote nitrique — Méthode gravimétrique au nitron

## 1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode gravimétrique pour le dosage de l'azote nitrique des engrais. Elle est appropriée comme méthode de référence et est applicable à tous les engrais.

NOTE — La présence d'un excès de chlorure (9 fois la masse d'azote) donne un résultat d'une valeur de 0,4 % plus élevée.

## 2 Références

ISO 648, *Verrerie de laboratoire — Pipettes à un trait*.

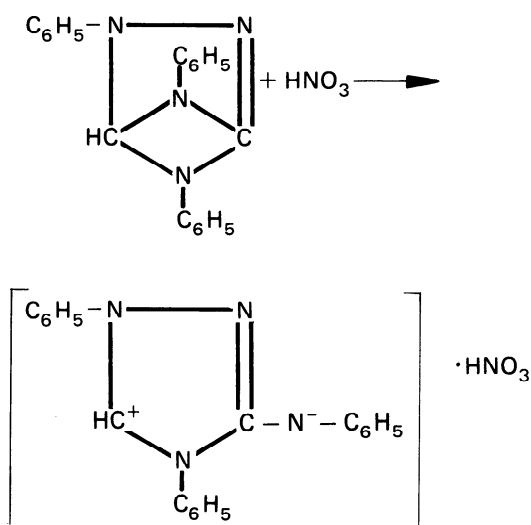
ISO 1042, *Verrerie de laboratoire — Fioles jaugées à un trait*.

## 3 Principe

Précipitation en solution acide de l'ion nitrique sous forme de complexe avec le réactif au nitron.

Filtration du précipité, séchage et pesée.

## 4 Réaction



## 5 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.

### 5.1 Acide acétique, solution 28,5 % (V/V).

Diluer à 1 000 ml avec de l'eau, 285 ml d'acide acétique cristallisable.

### 5.2 Acide sulfurique, solution.

Diluer un volume d'acide sulfurique ( $\rho_{20} = 1,84$  g/ml) avec trois volumes d'eau.

### 5.3 Nitron, solution à 100 g/l.

Dissoudre 10 g de nitron {triphényl-3,5,6-(tétraazabicyclo [2.1.1]hexène-1)-2, 3, 5, 6} dans un mélange de 95 ml d'eau et 5 ml d'acide acétique cristallisable. Filtrer la solution sur papier filtre sec et la conserver dans un flacon de verre foncé.

La solution fraîchement préparée doit être utilisée pour éviter d'obtenir une valeur de l'essai à blanc trop élevée.

## 6 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

**6.1 Fiole jaugée à un trait**, de capacité 500 ml, conforme aux spécifications de l'ISO 1042, classe A.

**6.2 Pipettes à un trait**, de capacité 5 à 20 ml, conformes aux spécifications de l'ISO 648, classe A.

**6.3 Creuset en verre filtrant**, de porosité comprise dans l'intervalle de 4 à 16  $\mu\text{m}$ .

**6.4 Étuve**, réglable à  $110 \pm 2$  °C.

**6.5 Agitateur mécanique pour fioles**, à mouvement rotatif ou alternatif.

**6.6 Bain réfrigéré**, réglable à une température de 0 à 0,5 °C.

## 7 Mode opératoire

### 7.1 Prise d'essai

Peser, à 0,001 g près, environ 5 g de l'échantillon pour laboratoire<sup>1)</sup>, et les introduire dans la fiole jaugée (6.1).

### 7.2 Préparation de la solution d'essai

#### 7.2.1 Produits solubles dans l'eau

Ajouter environ 400 ml d'eau à 20 °C à la prise d'essai (7.1) et agiter continuellement la fiole durant 30 min avec l'agitateur mécanique (6.5). Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

#### 7.2.2 Produits contenant un insoluble dans l'eau susceptible de retenir les nitrates

Ajouter 50 ml d'eau et 50 ml de la solution d'acide acétique (5.1) à la prise d'essai (7.1). Mélanger le contenu de la fiole et laisser reposer jusqu'à ce que cesse tout dégagement de dioxyde de carbone. Ajouter environ 300 ml d'eau à 20 °C, puis agiter continuellement la fiole durant 30 min au moyen de l'agitateur mécanique (6.5). Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

### 7.3 Dosage

**7.3.1** Filtrer la solution d'essai (7.2) sur un papier à moyenne rétention en la recevant dans une fiole conique propre et sèche. Rejeter les premiers 50 ml du filtrat et, à l'aide d'une pipette à un trait (6.2), prélever une partie aliquote du filtrat contenant de 11 à 23 mg d'azote nitrique, de préférence 17 mg, et la verser dans un bécher de 250 ml. Compléter à 100 ml avec de l'eau.

**7.3.2** Ajouter 10 à 12 gouttes de la solution d'acide sulfurique (5.2). Vérifier que le pH est compris entre 1 et 1,5. Porter rapidement à ébullition, sans laisser bouillir la solution<sup>2)</sup>, retirer le bécher de la source de chaleur. Vérifier si aucun précipité de sulfate de calcium ne s'est formé; si c'est le cas, le dissoudre par quelques gouttes supplémentaires de la solution d'acide sulfurique. Ajouter 10 à 12 ml de la solution de nitron (5.3) en une seule fois. Plonger le bécher dans un bain réfrigéré (6.6) et agiter le mélange pendant 2 min. Laisser au repos toujours dans le bain réfrigéré pendant 2 h. Ajouter de temps en temps suffisamment de glace au bain réfrigéré pour être certain que la température du mélange reste entre 0 et 0,5 °C.<sup>3)</sup>

Peser le creuset filtrant (6.3) à 0,001 g près et refroidir dans un bain réfrigéré. Recueillir quantitativement, par aspiration, le précipité dans le filtre en utilisant le filtrat pour transférer les dernières traces de précipité du bécher dans le creuset filtrant. Enfin, laver le précipité avec 10 à 12 ml d'eau à la température de 0 à 0,5 °C. Sécher le précipité et le creuset dans l'étuve (6.4) à  $110 \pm 2$  °C pendant 1 h. Refroidir dans un dessiccateur et peser. Répéter les opérations de chauffage, refroidissement et pesée jusqu'à ce que deux pesées successives ne diffèrent pas de plus de 0,001 g.

### 7.4 Essai à blanc

Verser dans un bécher 100 ml d'eau ou, dans le cas de la dissolution de la prise d'essai par l'acide acétique, étendre à 100 ml avec de l'eau la même quantité d'acide acétique que celle contenue dans la partie aliquote. Procéder ensuite comme décrit en 7.3.2.

La masse du précipité ne doit pas dépasser 1 mg. Si cette limite est dépassée, répéter l'essai à blanc et la détermination en utilisant un nouveau réactif. Il a été constaté qu'un réactif qui n'est pas de préparation récente, donne des résultats élevés dans l'essai à blanc.

## 8 Expression des résultats

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

$$w = \frac{14,01}{375,3} \times \frac{m_1}{m_0} \times \frac{500}{V} \times 100 = \frac{1\,866 \times m_1}{m_0 \times V}$$

dans laquelle

$V$  est le volume, en millilitres, de la partie aliquote prélevée dans la solution d'essai en 7.3.1;

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

$m_1$  est la masse, en grammes, du précipité de nitrate de nitron;

14,01 est la masse moléculaire relative de l'azote;

375,3 est la masse moléculaire relative du complexe.

1) L'échantillonnage des engrais fera l'objet d'une prochaine Norme internationale.

2) L'urée et les condensats d'urée aldéhyde sont décomposés par l'acide bouillant.

3) Une température inférieure à 0 °C donnerait des résultats élevés, et une température supérieure à 0,5 °C, des résultats faibles.

## 9 Précision

Les informations statistiques données ci-dessous ont été obtenues à partir de 30 séries de résultats provenant de laboratoires de sept pays différents.

### 9.1 Répétabilité

Les résultats successifs obtenus en mettant en œuvre cette méthode avec un matériel d'essai identique et dans les mêmes conditions (même opérateur, même laboratoire et même temps) doivent être considérés comme douteux s'ils diffèrent de plus de 0,4 % de la moyenne de leurs valeurs.

### 9.2 Reproductibilité

Les résultats individuels obtenus en mettant en œuvre cette méthode avec un matériel d'essai identique, mais dans des conditions différentes (opérateurs différents, laboratoires et appa-

reillages différents et/ou périodes différentes) doivent être considérés comme douteux s'ils diffèrent de plus de 1,8 % de la moyenne de leurs valeurs.

## 10 Procès-verbal d'essai

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

- a) référence de la méthode utilisée, c'est-à-dire ISO 4176;
- b) résultats et mode d'expression employés;
- c) tous renseignements nécessaires à l'identification complète de l'échantillon;
- d) compte rendu de toutes opérations non prévues dans la présente Norme internationale, ou facultatives, ainsi que tous les incidents susceptibles d'avoir une influence sur le résultat.

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 4176:1981

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d3bab637-1dc2-4486-a1ca-30ca2a2c8ec1/iso-4176-1981>

Page blanche

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 4176:1981

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d3bab637-1dc2-4486-a1ca-30ca2a2c8ec1/iso-4176-1981>

Page blanche

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 4176:1981

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d3bab637-1dc2-4486-a1ca-30ca2a2c8ec1/iso-4176-1981>

Page blanche

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 4176:1981

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d3bab637-1dc2-4486-a1ca-30ca2a2c8ec1/iso-4176-1981>