

éditée par l'association française de normalisation (afnor) — tour europe cédex 7 92080 paris la défense — tél. (1) 778-13-26

NORME FRANÇAISE ENREGISTRÉE	PRODUITS CHIMIQUES ACIDE NITRIQUE À USAGE INDUSTRIEL DOSAGE DE L'AZOTE AMMONIACAL Méthode spectrométrique	NF T 20-286 Mars 1982
<p>AVANT-PROPOS</p> <p><i>La présente norme reprend la norme internationale ISO 2991 adoptée par l'Organisation internationale de normalisation (ISO).</i></p>		
Enregistrée par décision du 1982-02-01 pour prendre effet le 1982-03-01		© afnor 1982 Droits de reproduction et de traduction réservés pour tous pays

1 OBJET

La présente Norme Internationale spécifie une méthode spectrophotométrique au phénate de sodium et hypochlorite de sodium pour le dosage de l'azote ammoniacal dans l'acide nitrique 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'ammoniaque 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.

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 Phénolphaléine, solution éthanolique à 10 g/l.

Dissoudre 1 g de phénolphaléine 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 par litre.

Diluer convenablement une solution d'hypochlorite de sodium concentrée (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 de 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.