
NORME INTERNATIONALE



5375

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

Phosphates condensés à usage industriel (y compris les industries alimentaires) — Dosage des oxydes d'azote — Méthode spectrophotométrique au xylénol-3,4

Condensed phosphates for industrial use (including foodstuffs) — Determination of oxides of nitrogen content — 3,4-Xylenol spectrophotometric method

(standards.iteh.ai)

Première édition — 1979-02-15

[ISO 5375:1979](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f91df45-3aec-4ccb-8cd5-0bcf1f5bee03/iso-5375-1979>

CDU 661.635 : 546.17 : 543.42

Réf. n° : ISO 5375-1979 (F)

Descripteurs : phosphate, additif alimentaire, industrie alimentaire, analyse chimique, dosage, oxyde d'azote, méthode spectrophotométrique.

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 5375 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 47, *Chimie*, et a été soumise aux comités membres en juin 1977.

STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

Afrique du Sud, Rép. d'	Égypte, Rép. arabe d'	Portugal
Allemagne, R. F.	France	Roumanie
Autriche	Hongrie	Royaume-Uni
Belgique	Inde	Suisse
Brésil	Israël	Tchécoslovaquie
Bulgarie	Italie	Turquie
Chili	Pays-Bas	U.R.S.S.
Corée, Rép. de	Pologne	Yougoslavie

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

Cette Norme internationale a également été approuvée par l'Union internationale de chimie pure et appliquée (IUPAC).

Phosphates condensés à usage industriel (y compris les industries alimentaires) – Dosage des oxydes d'azote – Méthode spectrophotométrique au xylénol-3,4

1 OBJET

La présente Norme internationale spécifie une méthode spectrophotométrique au xylénol-3,4 pour le dosage des oxydes d'azote dans les phosphates condensés à usage industriel (y compris les industries alimentaires).

2 DOMAINE D'APPLICATION

La méthode est applicable aux produits dont la teneur en oxydes d'azote, exprimés en azote (N), est égale ou supérieure à 2 mg/kg.

3 PRINCIPE

Oxydation de l'azote nitreux en azote nitrique par le permanganate de potassium.

Réaction de l'azote nitrique avec le xylénol-3,4, dans des conditions définies, pour former un dérivé nitré. Distillation du dérivé nitré et absorption dans une solution d'hydroxyde de sodium. Mesurage spectrophotométrique du nitro-phénol coloré jaune à une longueur d'onde aux environs de 435 nm.

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 Acétate de mercure(II) [$\text{Hg}(\text{CH}_3\text{COO})_2$].

4.2 Acide sulfurique, solution à 80 % (m/m) environ.

Éliminer les oxydes d'azote contenus dans 800 ml d'acide sulfurique, ρ 1,84 g/ml environ, en les ajoutant, avec précaution, à 200 ml environ d'eau et en chauffant jusqu'à dégagement de fumées blanches. Refroidir, ajouter l'acide ainsi traité à une nouvelle fraction de 200 ml d'eau et chauffer de nouveau jusqu'à dégagement de fumées. Répéter encore une fois les opérations de dilution et de chauffage.

Refroidir et ajouter en agitant, 750 ml de cet acide sulfurique à 250 ml d'eau.

4.3 Xylénol-3,4, solution acétique à 50 g/l.

Dissoudre 5 g de xylénol-3,4 dans une solution d'acide

acétique cristallisable, ρ 1,05 g/ml environ, et compléter le volume à 100 ml avec de l'acide de même qualité.

Conserver cette solution à moins de 5 °C.

4.4 Permanganate de potassium, solution 16 g/l environ.

4.5 Hydroxyde de sodium, solution 80 g/l environ.

4.6 Peroxyde d'hydrogène, solution à 1 g/l.

4.7 Nitrate de potassium, solution étalon correspondant à 0,500 g d'azote par litre.

Peser, à 0,001 g près, 3,609 g de nitrate de potassium préalablement séché durant 2 h à 120 °C et refroidi en dessiccateur. Les introduire dans une fiole jaugée de 1 000 ml, les dissoudre dans un peu d'eau, compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 500 µg de N.

4.8 Nitrate de potassium, solution étalon correspondant à 0,005 g d'azote par litre.

Prélever 10,0 ml de la solution étalon de nitrate de potassium (4.7), les introduire dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 5 µg de N.

5 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Bain d'eau, réglable à 35 ± 1 °C.

5.2 Appareil à distillation, à joints coniques rodés 24/29 (voir ISO 383), composé, par exemple, des éléments suivants (voir la figure).

5.2.1 Ballon à distiller, de capacité 250 ml.

5.2.2 Tube à dégagement, coudé à 75°.

5.2.3 Réfrigérant de Liebig, à circulation d'eau, de longueur utile 450 mm environ, se raccordant au tube à dégagement (5.2.2).

5.3 Spectrophotomètre.

6 MODE OPÉRATOIRE

AVERTISSEMENT — Les solutions résiduelles des distillations contiennent des sels de mercure. Pour les démercurer, afin d'éviter la pollution des eaux de rejet, et récupérer le mercure, opérer de la façon suivante :

- collecter les solutions résiduelles provenant des distillations dans un récipient de capacité convenable;
- précipiter le mercure en milieu alcalin à l'aide d'un excès de sulfure de sodium;
- oxyder cet excès par du peroxyde d'hydrogène pour éviter la redissolution du mercure sous forme de polysulfures;
- décanter et filtrer les liquides démercurisés avant leur rejet à l'égout;
- transférer l'insoluble dans un récipient de stockage en vue de la récupération ultérieure du mercure par une firme spécialisée.

6.1 Prise d'essai

Peser, à 0,001 g près, 1 g environ de l'échantillon pour essai.

6.2 Essai à blanc

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

6.3 Établissement de la courbe d'étalonnage

6.3.1 Préparation des solutions témoins, se rapportant à des mesurages spectrophotométriques effectués en cuves de 4 ou 5 cm de parcours optique.

Dans une série de sept ballons à distiller (5.2.1), introduire les volumes de la solution étalon de nitrate de potassium (4.8) indiqués dans le tableau suivant :

Solution étalon de nitrate de potassium (4.8)	Masse correspondante de N
ml	µg
0*	0
0,4	2
1,0	5
2,0	10
3,0	15
4,0	20
5,0	25

* Solution de compensation.

Ajouter, dans chaque ballon, la quantité d'eau nécessaire pour parfaire le volume à 5 ml et traiter chacune de ces solutions de la façon suivante.

Placer le ballon à distiller (5.2.1) dans un bain d'eau et de glace, et introduire 0,200 g de l'acétate de mercure(II) (4.1)¹⁾. Ajouter ensuite, très lentement, par petites fractions et en agitant de manière que la température reste toujours inférieure à 35 °C, 15 ml de la solution d'acide sulfurique (4.2). Ajouter, goutte à goutte, le volume de la solution de permanganate de potassium (4.4) nécessaire pour atteindre une coloration rose persistant durant quelques minutes et décolorer ensuite la solution par ajout, goutte à goutte, de la solution de peroxyde d'hydrogène (4.6). Retirer le ballon du bain, ajouter 1 ml de la solution de xylénol-3,4 (4.3), agiter et placer le ballon dans le bain d'eau (5.1) réglé à 35 ± 1 °C. Agiter de temps à autre. Après 30 min, ajouter, dans le ballon, avec précaution et en agitant, 100 ml d'eau.

6.3.2 Distillation

Relier ensuite le ballon à l'appareil à distillation (5.2), chauffer à l'ébullition et recueillir, dans un intervalle de 15 min environ, 30 ml de distillat dans une fiole jaugée de 50 ml contenant 10 ml de la solution d'hydroxyde de sodium (4.5). Arrêter la circulation d'eau du réfrigérant et distiller encore quelques millilitres. Refroidir la fiole jaugée contenant le distillat jusqu'à la température ambiante, compléter au volume et homogénéiser.

6.3.3 Mesures spectrophotométriques

Après 15 min, effectuer les mesurages à l'aide du spectrophotomètre (5.3) à une longueur d'onde correspondant au maximum d'absorption (longueur d'onde aux environs de 435 nm), après avoir ajusté l'appareil au zéro d'absorbance par rapport à la solution de compensation.

6.3.4 Tracé de la courbe

Tracer un graphique en portant, par exemple, sur l'axe des abscisses, le nombre de microgrammes d'azote (N) contenu dans 50 ml de solution témoin et, sur l'axe des ordonnées, les valeurs correspondantes des absorbances.

6.4 Dosage

6.4.1 Préparation de la solution d'essai

6.4.1.1 Si la prise d'essai (6.1) contient 2 à 25 µg d'oxydes d'azote, exprimés en azote (N), l'introduire directement dans le ballon à distiller (5.2.1) et ajouter 5 ml d'eau. Pour suivre selon 6.4.1.3.

1) L'ajout d'acétate de mercure(II) s'est avéré nécessaire pour éviter l'interférence des chlorures.

6.4.1.2 Si la prise d'essai (6.1) contient une quantité d'oxydes d'azote, exprimés en azote (N), supérieure à 25 µg, la dissoudre dans de l'eau, transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de capacité convenable, compléter au volume et homogénéiser. Cette solution doit contenir 2 à 25 µg d'azote (N) dans 5 ml.

Introduire 5,0 ml de cette solution dans le ballon à distiller (5.2.1). Poursuivre selon 6.4.1.3.

6.4.1.3 Placer le ballon à distiller et son contenu dans un bain d'eau et de glace, et ajouter 0,200 g de l'acétate de mercure(II) (4.1).

Ajouter ensuite, très lentement, par petites fractions et en agitant de manière que la température reste toujours inférieure à 35 °C, 15 ml de la solution d'acide sulfurique (4.2). Ajouter, goutte à goutte, le volume de la solution de permanganate de potassium (4.4) nécessaire pour atteindre une coloration rose persistant durant quelques minutes et décolorer ensuite la solution par ajout, goutte à goutte, de la solution de peroxyde d'hydrogène (4.6). Retirer le ballon du bain, ajouter 1 ml de la solution de xylénol-3,4 (4.3), agiter et placer le ballon dans le bain d'eau (5.1) réglé à 35 ± 1 °C. Agiter de temps à autre. Après 30 min, ajouter, dans le ballon, avec précaution et en agitant, 100 ml d'eau.

6.4.2 Distillation

Relier ensuite le ballon à l'appareil à distillation (5.2) et distiller comme spécifié en 6.3.2.

6.4.3 Mesures spectrophotométriques

Effectuer les mesurages spectrophotométriques de la solution d'essai (6.4.2) et de celle de l'essai à blanc (6.2) selon les modalités spécifiées en 6.3.3, après avoir toutefois ajusté l'appareil au zéro d'absorbance par rapport à l'eau.

7 EXPRESSION DES RÉSULTATS

Au moyen de la courbe d'étalonnage (6.3.4), déterminer les masses, en microgrammes, d'azote correspondant aux valeurs des mesures spectrophotométriques (6.4.3).

La teneur en azote, exprimée en milligrammes de N par kilogramme, est donnée par la formule

$$\frac{m_1 - m_2}{m_0} \times D$$

où

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai (6.1);

m_1 est la masse, en microgrammes, d'azote trouvée dans la solution d'essai;

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

D est le rapport du volume, en millilitres, de la solution d'essai au volume, en millilitres, de la partie aliquote prélevée pour le dosage. (Si le dosage a été effectué sur la totalité de la solution d'essai, D est égal à 1.)

8 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

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

- a) identification de l'échantillon;
- b) référence de la méthode utilisée;
- c) résultats, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;
- d) compte rendu de tous détails particuliers éventuels relevés au cours de l'essai;
- e) compte rendu de toutes opérations non prévues dans la présente Norme internationale, ou de toutes opérations facultatives.

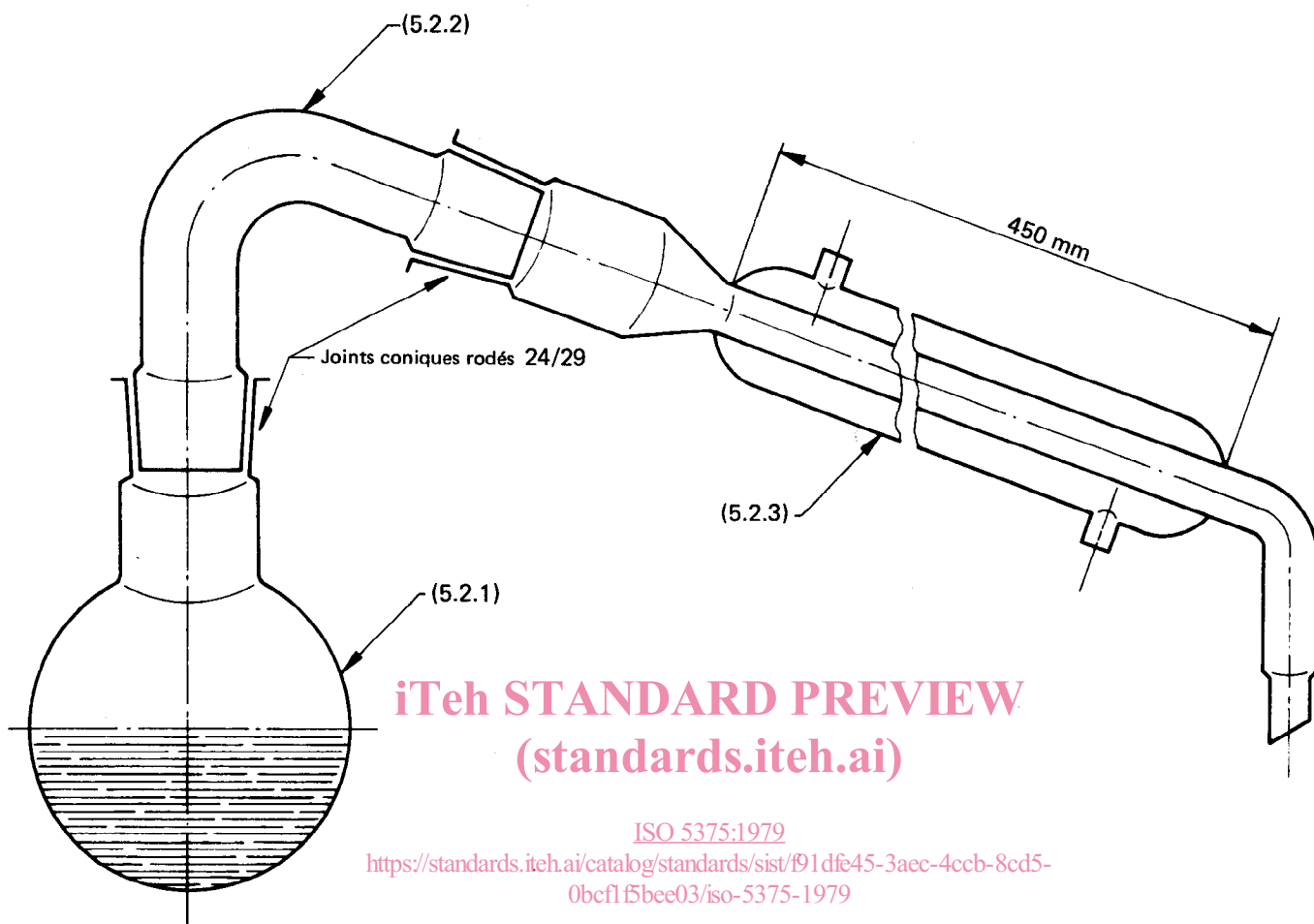


FIGURE – Appareil typique à distillation

ANNEXE

**PUBLICATIONS ISO RELATIVES AUX PHOSPHATES CONDENSÉS À USAGE INDUSTRIEL
(Y COMPRIS LES INDUSTRIES ALIMENTAIRES)**

ISO 5372 – Dosage de l'arsenic – Méthode photométrique au diméthylthiocarbamate d'argent.

ISO 5373 – Dosage du calcium – Méthode par absorption atomique dans la flamme.

ISO 5374 – Dosage des chlorures – Méthode potentiométrique.

ISO 5375 – Dosage des oxydes d'azote – Méthode spectrophotométrique au xylénol-3,4.

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 5375:1979

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f91dfc45-3aec-4ccb-8cd5-0bcf1f5bee03/iso-5375-1979>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 5375:1979

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f91dfe45-3aec-4ccb-8cd5-0bcf1f5bee03/iso-5375-1979>