

---

# NORME INTERNATIONALE 3709

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

---

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

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

[standards.iteh.ai](https://standards.iteh.ai)

Première édition — 1976-11-15

[ISO 3709:1976](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/76a66ed6-3d3d-4801-949c-d8d7b4dee1b6/iso-3709-1976)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/76a66ed6-3d3d-4801-949c-d8d7b4dee1b6/iso-3709-1976>

---

CDU 661.634 : 543.272.32

Réf. n° : ISO 3709-1976 (F)

**Descripteurs** : composé chimique, acide phosphorique, industrie alimentaire, analyse chimique, dosage, oxyde d'azote, méthode spectrophotométrique, xylénol.

## AVANT-PROPOS

L'ISO (Organisation Internationale de Normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (Comités Membres ISO). L'élaboration des 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 3709 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 47, *Chimie*, et a été soumise aux Comités Membres en février 1975.

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

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

Aucun Comité Membre n'a désapprouvé le document.

# Acide phosphorique 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 l'acide phosphorique à usage industriel (y compris les industries alimentaires).

## 2 DOMAINE D'APPLICATION

La méthode est applicable aux produits ayant une teneur en oxydes d'azote, exprimés en azote (N), égale ou supérieure à 0,2 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 nitrophénol coloré jaune à une longueur d'onde aux environs de 435 nm.

## 4 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.

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

**4.2 Acide sulfurique**, solution à 80 % (m/m) environ, exempt d'oxydes d'azote.

Ajouter, avec précaution et en agitant, 750 ml d'acide sulfurique,  $\rho$  1,84 g/ml environ, exempt d'azote, à 250 ml d'eau. Pour assurer la complète élimination des oxydes d'azote de l'acide sulfurique utilisé pour la dilution, procéder comme suit : ajouter avec précaution 800 ml d'acide sulfurique,  $\rho$  1,84 g/ml environ, à 200 ml environ d'eau et chauffer ensuite jusqu'à fumées blanches. Refroidir et répéter deux fois la dilution et le chauffage.

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

Dissoudre 5 g de xylénol-3,4 dans de l'acide acétique cristallisable,  $\rho$  1,05 g/ml environ, solution 17,4 N environ, et compléter le volume à 100 ml avec le même acide.

Conserver cette solution à moins de 5 °C.

**4.4 Permanganate de potassium**, solution 0,1 N environ.

**4.5 Hydroxyde de sodium**, solution 2 N 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 à 120 °C durant 2 h 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 Pipette à peser**, de capacité 50 ml environ, à bouchon rodé.

**5.2 Bain d'eau**, réglable à  $35 \pm 1$  °C.

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

**5.3.1 ballon à distiller**, de capacité 250 ml;

**5.3.2 tube à dégagement**, coudé à 75°;

**5.3.3 réfrigérant de Liebig**, à circulation d'eau, de longueur utile 450 mm environ, se raccordant au tube à dégagement (5.3.2).

**5.4 Spectrophotomètre**.

## 6 MODE OPÉRATOIRE

### 6.1 Prise d'essai

Remplir la pipette à peser (5.1) avec l'échantillon pour essai et prélever, en pesant par différence à 0,01 g près, une prise d'essai de 15 g environ. Introduire la prise d'essai dans le ballon à distiller (5.3.1).

### 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 (5.3.1), introduire respectivement 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 (5.3.1) dans un bain d'eau et de glace, et introduire 0,200 g de l'acétate de mercure(II) (4.1)<sup>1)</sup>. 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 (5.2) réglé à  $35 \pm 1$  °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 (5.3), 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

Effectuer, après 15 min, les mesurages à l'aide du spectrophotomètre (5.4) 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, les masses, en microgrammes, d'azote (N) contenues 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

Placer le ballon à distiller (5.3.1), contenant la prise d'essai (6.1), dans un bain d'eau et de glace, et introduire 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 (5.2) réglé à  $35 \pm 1$  °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 (5.3) et distiller comme spécifié en 6.3.2.

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

### 6.4.3 Mesure spectrophotométrique

Effectuer le mesurage spectrophotométrique de la solution selon les modalités spécifiées en 6.3.3, après avoir ajusté l'appareil au zéro d'absorbance par rapport à la solution de l'essai à blanc (6.2).

## 7 EXPRESSION DES RÉSULTATS

Au moyen de la courbe d'étalonnage (6.3.4), déterminer la masse, en microgrammes, d'azote correspondant à la valeur de la mesure spectrophotométrique.

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

$$\frac{m_1}{m_0}$$

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.

## 8 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 de toutes opérations facultatives.

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

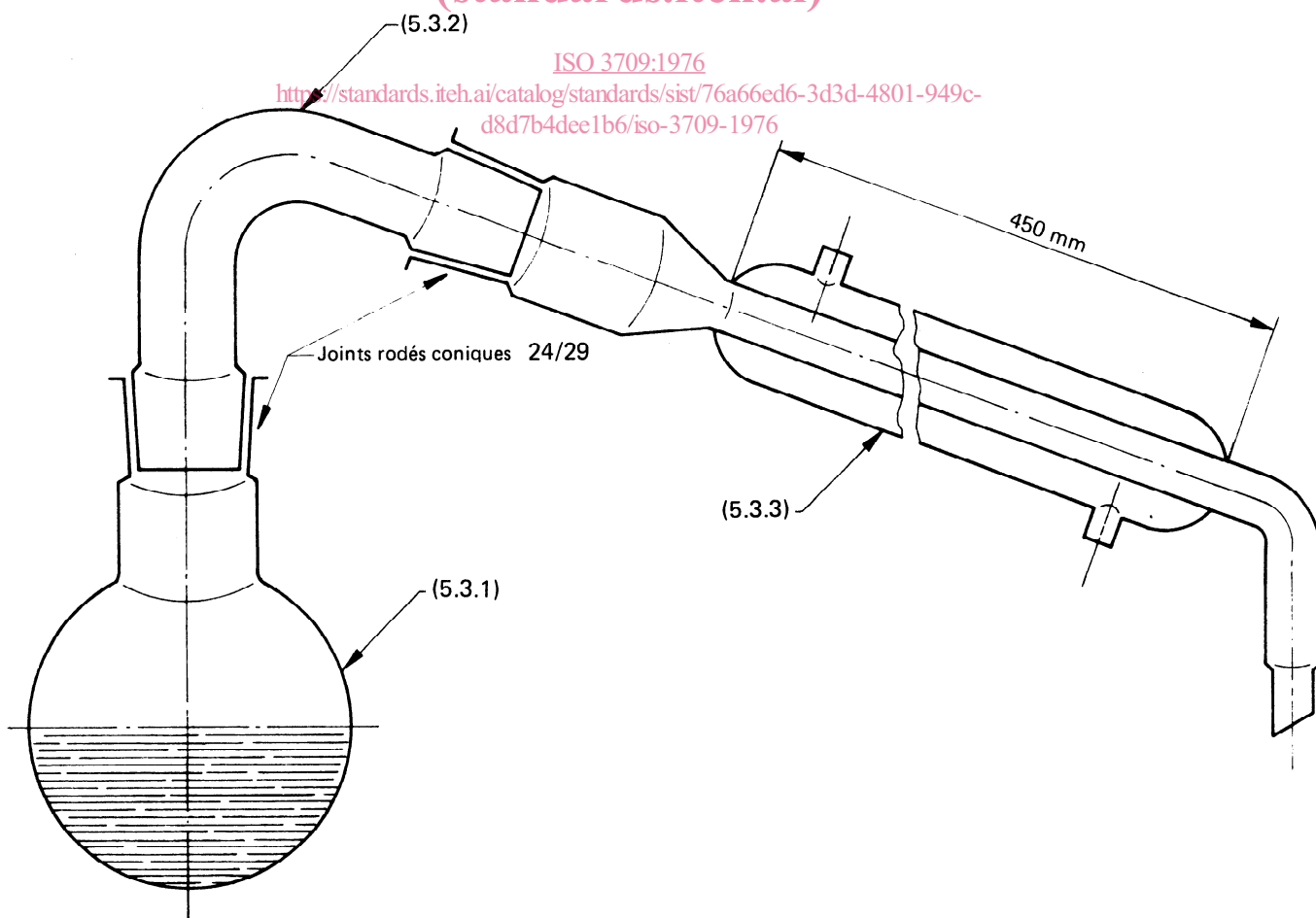


FIGURE — Appareil typique à distillation

ANNEXE

**PUBLICATIONS ISO RELATIVES À L'ACIDE PHOSPHORIQUE À USAGE INDUSTRIEL**

ISO 847 – Dosage des sulfates – Méthode titrimétrique.

ISO 848 – Dosage du calcium – Méthode titrimétrique.

ISO 849 – Dosage du fer – Méthode photométrique au bipyridyle-2,2'.

ISO 2997 – Dosage des sulfates – Méthode par réduction et titrimétrie.

ISO 3359 – Dosage de l'arsenic – Méthode photométrique au diéthylthiocarbamate d'argent.

ISO 3360 – Dosage du fluor – Méthode photométrique au complexone d'alizarine et nitrate de lanthane.\*

ISO 3361 – Dosage de la silice soluble – Méthode spectrophotométrique au molybdosilicate réduit.

ISO 3706 – Dosage de l'oxyde de phosphore(V) total – Méthode gravimétrique au phosphomolybdate de quinoléine.\*

ISO 3707 – Dosage du calcium – Méthode par absorption atomique dans la flamme.\*

ISO 3708 – Dosage des chlorures – Méthode potentiométrique.\*

ISO 3709 – Dosage des oxydes d'azote – Méthode spectrophotométrique au xylénol-3,4.\*

ISO 4285 – Technique de l'échantillonnage.

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

ISO 3709:1976

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/76a66ed6-3d3d-4801-949c-d8d7b4dee1b6/iso-3709-1976>

---

\* Applicable également à l'acide phosphorique pour les industries alimentaires.

Page blanche

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

ISO 3709:1976

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/76a66ed6-3d3d-4801-949c-d8d7b4dee1b6/iso-3709-1976>

Page blanche

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

ISO 3709:1976

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/76a66ed6-3d3d-4801-949c-d8d7b4dee1b6/iso-3709-1976>