

NORME FRANÇAISE
ENREGISTRÉE

PHOSPHATES CONDENSÉS À USAGE INDUSTRIEL
(Y COMPRIS LES INDUSTRIES ALIMENTAIRES)
DOSAGE DES OXYDES D'AZOTE
Méthode spectrophotométrique au xylénol-3,4

T 20-499
Novembre 1979

AVANT-PROPOS

A sa date d'enregistrement, la présente norme reproduit la norme internationale ISO 5375 — Première Édition Février 1979.

1 OBJET

La présente norme 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 nitrophénol coloré jaune à une longueur d'onde aux environs de 435 nm.

Enregistrée par décision
du 1979-10-15
pour prendre effet
le 1979-11-01

© **AFNOR 1979**
Droits de reproduction
et de traduction réservés
pour tous pays

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, 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.