

Norme internationale



5318

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

Engrais — Dosage du potassium — Méthode gravimétrique à l'état de tétraphénylborate de potassium (Méthode de référence)

Fertilizers — Determination of potassium content — Potassium tetraphenylborate gravimetric method (Reference method)

Première édition — 1983-12-01

(standards.iteh.ai)

ISO 5318:1983

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9eb94b93-4502-4faa-944a-f9ffe466abb1/iso-5318-1983>

CDU 631.8 : 543.215 : 546.32

Réf. n° : ISO 5318-1983 (F)

Descripteurs : engrais, analyse chimique, dosage, potassium, méthode gravimétrique, tétraphénylborate de potassium.

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 5318 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 134, *Fertilisants*, et a été soumise aux comités membres en mai 1982.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

[ISO 5318:1983](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9eb94b93-4502-4faa-944a-19ffe4664007/iso-5318-1983>

Afrique du Sud, Rép. d'	Inde	Portugal
Allemagne, R. F.	Iraq	Roumanie
Autriche	Israël	Royaume-Uni
Chine	Italie	Sri Lanka
Corée, Rép. de	Kenya	Tchécoslovaquie
Égypte, Rép. arabe d'	Norvège	URSS
France	Pays-Bas	USA
Hongrie	Pologne	

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

Engrais — Dosage du potassium — Méthode gravimétrique à l'état de tétraphénylborate de potassium (Méthode de référence)

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode gravimétrique de dosage du potassium dans les engrais, à partir d'une solution d'essai. Elle est applicable en cas de litige et comme méthode de référence.

2 Référence

ISO 5317, *Engrais — Dosage du potassium soluble dans l'eau — Préparation de la solution d'essai*.

3 Principe

Préparation d'une solution d'essai conformément aux spécifications de l'ISO 5317.

Précipitation des ions potassium présents dans une partie aliquote de la solution d'essai (préalablement traitée avec de l'eau de brome et du charbon actif, dans le cas de présence de cyanamide et/ou de matières organiques), à l'aide de tétraphénylborate de sodium en milieu faiblement alcalin, en présence de sel disodique de l'acide éthylène-diamine tétraacétique (EDTA, sel disodique) et de formaldéhyde pour éliminer l'interférence des ions ammonium.

Filtration du précipité, séchage et pesée.

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 Tétraphénylborate de sodium, solution à environ 15 g/l.

Dissoudre 7,5 g de tétraphénylborate de sodium $[\text{NaB}(\text{C}_6\text{H}_5)_4]$ dans 480 ml d'eau. Ajouter 2 ml de la solution d'hydroxyde de sodium (4.5) et 20 ml d'une solution de chlorure de magnésium hexahydraté $(\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O})$ à 100 g/l. Agiter durant 15 min et filtrer sur papier filtre (5.2).

Cette solution peut être conservée dans un flacon en matière plastique pendant 1 mois au maximum. Filtrer immédiatement avant emploi.

4.2 Tétraphénylborate de sodium, solution de lavage.

Diluer 1 volume de la solution de tétraphénylborate de sodium (4.1) avec 10 volumes d'eau.

4.3 EDTA, sel disodique, solution à 40 g/l.

Dissoudre 4,0 g de sel disodique de l'acide éthylène-diamine tétraacétique (EDTA, sel disodique) dans 100 ml d'eau.

4.4 Formaldéhyde, solution à 30 % (m/m).

Si nécessaire, filtrer avant emploi.

4.5 Hydroxyde de sodium, solution à 400 g/l.

4.6 Phénolphthaléine, solution éthanolique à 5 g/l.

Dissoudre 0,5 g de phénolphthaléine dans 100 ml d'éthanol à 95 % (V/V).

4.7 Eau de brome, solution saturée.

4.8 Charbon actif, n'adsorbant ni ne libérant d'ions potassium.

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Creusets filtrants, en verre ou en porcelaine, à plaque frittée de la série de porosité P 10 ou P 16 (dimension des pores de 4 à 16 μm).

5.2 Papier filtre, à texture serrée.

5.3 Étuve, réglable à 120 ± 5 °C.

6 Solution d'essai

Utiliser la solution claire obtenue conformément aux spécifications de l'ISO 5317.

NOTE — Dans la majorité des cas, on mettra en œuvre une prise d'essai d'environ 5 g et le volume de la solution résultante sera généralement de 1 000 ml.

7 Mode opératoire

7.1 Partie aliquote de la solution d'essai

7.1.1 Mode opératoire en présence de cyanamide et/ou de matières organiques

Pipetter une partie aliquote, V_1 , de la solution d'essai (chapitre 6) contenant 50 à 100 mg d'oxyde de potassium (K_2O), et de préférence environ 80 mg, dans un bécher de 250 ml. Ajouter 5 ml d'eau de brome (4.7) et faire bouillir la solution jusqu'à l'élimination totale du brome, et ensuite, si nécessaire, pour réduire le volume à moins de 100 ml. Laisser refroidir la solution à la température ambiante et la transvaser dans une fiole jaugée de 100 ml. Ajouter environ 0,5 g de charbon actif (4.8) et agiter énergiquement.

Compléter au trait repère avec de l'eau et homogénéiser.

Filtrer la solution et pipetter 50 ml du filtrat dans un bécher de 250 ml.

7.1.2 Mode opératoire en absence de cyanamide et/ou de matières organiques

Pipetter une partie aliquote, V_1 , de la solution d'essai (chapitre 6) contenant 25 à 50 mg d'oxyde de potassium (K_2O), de préférence environ 40 mg, dans un bécher de 250 ml et compléter le volume à 50 ml par dilution ou évaporation.

7.2 Dosage

Traiter ensuite la partie aliquote de la solution d'essai (7.1) comme suit.

Ajouter 20 ml de la solution d'EDTA (4.3) et quelques gouttes de la solution de phénolphthaléine (4.6). Neutraliser, goutte à goutte, avec la solution d'hydroxyde de sodium (4.5) jusqu'à virage au rouge, puis ajouter 1 ml en excès de la solution d'hydroxyde de sodium.

NOTE — Une concentration trop forte d'hydroxyde de sodium dans la solution, pendant l'ébullition ou le chauffage au bain d'eau, peut provoquer la précipitation d'hydroxyde de fer(III) et la coprecipitation de tétraphénylborate de sodium.

Faire bouillir durant 15 min.

Ajouter 10 ml de la solution de formaldéhyde (4.4) et, si nécessaire, quelques gouttes de la solution d'hydroxyde de sodium (4.5) jusqu'à persistance de la coloration rouge. Couvrir le bécher avec un verre de montre et chauffer 15 min au bain d'eau.

La solution doit rester colorée en rouge; dans le cas contraire, ajouter quelques gouttes de la solution de phénolphthaléine (4.6) et, si nécessaire, ramener à coloration rouge par addition, goutte à goutte, de la solution d'hydroxyde de sodium (4.5).

Retirer le bécher du bain d'eau et ajouter immédiatement, goutte à goutte, tout en agitant, 40 ml de la solution de tétraphénylborate de sodium (4.1).

Poursuivre l'agitation durant 1 min, puis refroidir rapidement en dessous de 20 °C à l'eau courante et laisser reposer durant 10 min.

Tarer, à 0,000 1 g près, le creuset filtrant (5.1) préalablement séché dans l'étuve (5.3), réglée à 120 ± 5 °C, et refroidi en dessiccateur.

Décanter à travers le creuset le liquide surnageant. Laver le précipité dans le bécher avec 40 ml de la solution de lavage (4.2) et décanner à nouveau. Répéter cette opération. Transférer le précipité sur le creuset et rincer le bécher avec environ 40 ml de la solution de lavage (4.2) puis avec 5 ml d'eau.

Sécher le creuset et le précipité dans l'étuve (5.3), réglée à 120 ± 5 °C, durant 90 min, laisser refroidir en dessiccateur et peser à 0,000 1 g près.

7.3 Essai à blanc

Effectuer, en même temps que le dosage, un essai à blanc.

8 Expression des résultats

8.1 Mode de calcul

La teneur en potassium, exprimée en pourcentage en masse de potassium (K) ou d'oxyde de potassium (K_2O), est donnée par la formule

a) en cas de présence de cyanamide et/ou de matières organiques

$$\frac{[(m_2 - m_1) - (m_4 - m_3)] \times f \times V_0 \times 100}{m_0 \times V_1}$$

b) en cas d'absence de cyanamide et/ou de matières organiques

$$\frac{[(m_2 - m_1) - (m_4 - m_3)] \times f \times V_0 \times 100}{m_0 \times V_1}$$

où

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai¹⁾;

m_1 est la masse, en grammes, du creuset filtrant;

m_2 est la masse, en grammes, du creuset et du précipité;

m_3 est la masse, en grammes, du creuset utilisé pour l'essai à blanc;

m_4 est la masse, en grammes, du creuset utilisé pour l'essai à blanc et du précipité correspondant;

V_0 est le volume, en millilitres, de la solution d'essai (volume dans lequel la prise d'essai a été dissoute)¹⁾;

1) Voir ISO 5317.

V_1 est le volume, en millilitres, de la partie aliquote de la solution d'essai, utilisé pour le dosage;

f est un facteur égal à 0,109 1 si la teneur en potassium est à exprimer en potassium (K), ou égal à 0,131 4 si la teneur en potassium est à exprimer en oxyde de potassium (K_2O).

8.2 Fidélité

Les renseignements statistiques donnés ci-après ont été obtenus par l'analyse de 108 séries de résultats, de 18 laboratoires dans 6 pays différents.

8.2.1 Répétabilité, r

Les résultats successifs, obtenus par cette méthode sur des prises d'essai identiques, dans les mêmes conditions (même analyste, même laboratoire, même appareillage et dans le même temps), doivent être considérés comme suspects s'ils diffèrent de plus des valeurs indiquées dans le tableau 1.

Tableau 1

Teneur en potassium	r
% (m/m) de K_2O	% (m/m) de K_2O
< 20	0,12
20 à 60	0,39

8.2.2 Reproductibilité, R

Les résultats individuels, obtenus par cette méthode sur des prises d'essai identiques, mais dans des conditions différentes

(analystes différents, laboratoire différents, appareillages différents et/ou époques différentes), doivent être considérés comme suspects s'ils diffèrent de plus des valeurs indiquées dans le tableau 2.

Tableau 2

Teneur en potassium	R
% (m/m) de K_2O	% (m/m) de K_2O
< 20	0,24
20 à 60	0,73

9 Procès-verbal d'essai

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

- tous renseignements nécessaires à l'identification complète de l'échantillon;
- référence de la méthode utilisée, c'est-à-dire ISO 5318;
- résultats et mode d'expression employé;
- conditions de l'essai;
- compte rendu de toutes opérations non prévues dans la présente Norme internationale ou dans la Norme internationale à laquelle il est fait référence, ou de toutes opérations facultatives, ainsi que tous les incidents susceptibles d'avoir agi sur les résultats.

Bibliographie

- Méthodes de l'Association des chimistes analytiques officiels, 11^e édition (1970), nos 2.706 à 2.080.
- Méthode analytique Benelux K-01.
- ISO 2051, *Chlorure de potassium à usage industriel — Dosage du potassium — Méthode gravimétrique à l'état de tétraphénylborate de potassium.*
- ISO 2485, *Sulfate de potassium à usage industriel — Dosage du potassium — Méthode gravimétrique à l'état de tétraphénylborate de potassium.*

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 5318:1983

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9eb94b93-4502-4faa-944a-f9ffe466abb1/iso-5318-1983>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 5318:1983

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9eb94b93-4502-4faa-944a-f9ffe466abb1/iso-5318-1983>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 5318:1983

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9eb94b93-4502-4faa-944a-f9fe466abb1/iso-5318-1983>