
Norme internationale



6598

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

Engrais — Dosage du phosphore — Méthode gravimétrique au phosphomolybdate de quinoléine

Fertilizers — Determination of phosphorus content — Quinoline phosphomolybdate gravimetric method

Première édition — 1985-09-15

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 6598:1985](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/33861d79-d800-4c63-ace1-c8cca66a7560/iso-6598-1985)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/33861d79-d800-4c63-ace1-c8cca66a7560/iso-6598-1985>

CDU 631.8 : 543.21 : 546.185

Réf. n° : ISO 6598-1985 (F)

Descripteurs : engrais, analyse chimique, dosage, phosphore, méthode gravimétrique.

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 créé à cet effet. 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. Les Normes internationales sont approuvées conformément aux procédures de l'ISO qui requièrent l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 6598 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 134, *Fertilisants*.

[ISO 6598:1985](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/33861d79-d800-4c63-ace1-c8cca66a7560/iso-6598-1985)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/33861d79-d800-4c63-ace1-c8cca66a7560/iso-6598-1985>

Engrais — Dosage du phosphore — Méthode gravimétrique au phosphomolybdate de quinoléine

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode gravimétrique au phosphomolybdate de quinoléine pour le dosage du phosphore dans une solution préparée à partir de phosphates minéraux naturels ou d'engrais.

L'élément dosé est donc le phosphore, sous forme d'ions orthophosphates dont la teneur est exprimée en pentaoxyde de diphosphore.

2 Références

ISO 5316, *Engrais — Mise en solution des phosphates solubles dans l'eau.*

ISO 7497, *Engrais — Extraction des phosphates solubles dans les acides minéraux.*

3 Principe

Après hydrolyse éventuelle, précipitation des ions orthophosphates sous forme de phosphomolybdate de quinoléine, en milieu acide et en présence d'acétone, à environ 75 °C. Filtration, lavage séchage et pesée du précipité obtenu.

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 Acétone pure.

4.2 Molybdate de sodium dihydraté.

4.3 Quinoléine pure distillée.

4.4 Acide citrique monohydraté.

4.5 Acide nitrique, $\rho_{20} = 1,38$ g/ml, solution à 63 % (m/m).

NOTE — Ajuster en conséquence les volumes dosés en cas d'utilisation d'une autre concentration.

4.6 Dihydrogéo-orthophosphate de potassium, préalablement séché à 105 °C.

4.7 Réactif précipitant, préparé comme suit:

4.7.1 Solution A

Dans un bécher de 400 ml, dissoudre 70 g de molybdate de sodium (4.2) dans 100 ml d'eau.

4.7.2 Solution B

Dans un bécher de 1 000 ml, dissoudre 60 g d'acide citrique (4.4) dans 100 ml d'eau. Ajouter 85 ml de la solution d'acide nitrique (4.5).

4.7.3 Solution C

Ajouter, en agitant, la solution A à la solution B.

4.7.4 Solution D

Dans un bécher de 400 ml, mélanger 35 ml de la solution d'acide nitrique (4.5) et 100 ml d'eau et ajouter 5 ml de quinoléine (4.3).

4.7.5 Solution E

Ajouter la solution D à la solution C et mélanger. Laisser reposer une nuit. Filtrer sur plaque en verre fritté de porosité P 10 ou P 16 (dimensions des pores de 4 à 16 μm), en faisant éventuellement repasser sur filtre les premières fractions du filtrat, jusqu'à obtention du filtrat limpide.

Ne pas rincer le résidu à l'eau. Ajouter 280 ml d'acétone pure (4.1) au filtrat et diluer à 1 000 ml avec de l'eau.

La solution peut être conservée un mois, à l'abri du soleil et de la chaleur, dans un flacon bouché.

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire et notamment

5.1 Fiole conique, à large col, de 500 ml de capacité.

5.2 Creuset filtrant, à plaque en verre fritté de porosité P10 ou P 16 (dimensions des pores de 4 à 16 μm).

5.3 Étuve, réglable à 250 ± 5 °C.

5.4 Appareil de chauffage, ne comportant pas de flamme.

5.5 Dessiccateur, contenant du gel de silice.

6 Mode opératoire

6.1 Partie aliquote

Dans la solution d'extraction de l'engrais obtenue par la méthode décrite dans l'ISO 5316 ou l'ISO 7497, prélever une partie aliquote contenant de préférence 10 à 20 mg de pentaoxyde de diphosphore et au maximum 20 ml de solution de citrate.

Introduire cette partie aliquote dans la fiole conique (5.1). Ajouter 25 ml de la solution d'acide nitrique (4.5). Diluer à 100 ml avec de l'eau.

6.2 Dosage

6.2.1 Hydrolyse

En présence de phosphates autres que les orthophosphates, effectuer une hydrolyse de la façon suivante :

Porter le contenu de la fiole conique (5.1) à douce ébullition et maintenir celle-ci jusqu'à ce que l'hydrolyse soit complète (en général 1 h). Veiller, en utilisant, par exemple un système de réfrigération à reflux, à éviter des pertes par projection ainsi qu'une évaporation excessive qui ferait diminuer le volume initial de plus de moitié. En fin d'hydrolyse, rétablir le volume initial avec de l'eau.

NOTE — Si les ions phosphoriques se trouvent sous forme d'orthophosphates, il n'y a pas lieu de procéder à l'hydrolyse.

6.2.2 Précipitation

Sous hotte, ajouter sans mélanger dans la fiole, 100 ml de réactif précipitant (4.7.5, solution E) mesuré à l'aide d'une éprouvette graduée.

Couvrir d'un verre de montre et chauffer immédiatement avec l'appareil de chauffage (5.4) pour atteindre en moins de 10 min la température d'ébullition commençante (75 à 80 °C) qui est maintenue au plus 30 s. Enlever alors la fiole de l'appareil de chauffage et la laisser refroidir spontanément au moins pendant 30 min. Agiter doucement 3 ou 4 fois pendant le refroidissement. Laisser déposer.

6.2.3 Tarage du creuset

Sécher le creuset filtrant (5.2) jusqu'à masse constante dans l'étuve (5.3) réglée à 250 ± 5 °C. Le laisser refroidir à température ambiante dans le dessiccateur (5.5). Le tarer à 0,000 1 g près immédiatement après l'avoir retiré du dessiccateur (5.5).

6.2.4 Filtration et lavage

Décantier le liquide surnageant en filtrant sous vide, sur le creuset filtrant (5.2). Laver le précipité dans la fiole conique avec 30 ml d'eau. Décantier et filtrer la solution. Recommencer cinq fois cette opération. Transférer quantitativement le reste du précipité dans le creuset. Laver quatre fois en ne rajoutant l'eau de lavage qu'après filtration pratiquement complète. Continuer d'appliquer le vide jusqu'à ce que tout le liquide en excès ait été extrait.

6.2.5 Séchage et pesée

Essuyer l'extérieur du creuset avec un papier filtre. Placer le creuset dans l'étuve (5.3) réglée à 250 ± 5 °C et l'y maintenir jusqu'à masse constante 15 à 30 min. Laisser refroidir dans le dessiccateur (5.5) à la température ambiante et peser à 0,000 1 g près immédiatement après l'avoir retiré du dessiccateur.

6.3 Contrôle des réactifs

Pour chaque série de déterminations, effectuer un contrôle des réactifs en employant uniquement les réactifs et les solvants dans des proportions utilisées pour l'extraction (solution de citrate, etc.).

6.4 Essai de contrôle

Il est recommandé de vérifier la validité de la méthode en effectuant la détermination sur une partie aliquote, contenant 10 mg de P_2O_5 , d'une solution aqueuse de dihydrogéné-orthophosphate de potassium (4.6).

7 Expression des résultats

La teneur en pentaoxyde de diphosphore, exprimée en pourcentage en masse, est égale à

$$\frac{141,95}{4\,425,84} \times m_1 \times \frac{V_1}{V_0} \times \frac{100}{m_0} = 3,207 \times \frac{V_1}{V_0} \times \frac{m_1}{m_0}$$

où

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

m_1 est la masse, en grammes, du précipité;

V_0 est le volume, en millilitres, de la partie aliquote prélevée dans la solution d'extraction;

V_1 est le volume, en millilitres, de la solution d'extraction;

141,95 est la masse moléculaire relative du pentaoxyde de diphosphore;

4 425,84 est deux fois la masse moléculaire relative du phosphomolybdate de quinoléine.

8 Fidélité

8.1 Répétabilité

La valeur absolue de la différence entre deux résultats individuels (masse de phosphomolybdate de quinoléine de l'ordre de 350 mg), pour des volumes égaux de la même solution

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6598-1985
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sis/6598-1985>
6a7560/iso-6598-1985

d'extraction, dans les mêmes conditions (même opérateur, mêmes appareils, même laboratoire et court intervalle de temps) doit être inférieure à 2 mg.

8.2 Reproductibilité

La valeur absolue de la différence entre deux résultats individuels (masse de phosphomolybdate de quinoléine de l'ordre de 350 mg) pour des volumes égaux de la même solution d'extraction dans des conditions différentes (opérateurs différents, appareils différents, laboratoires différents et/ou époques différentes) doit être inférieure à 6 mg.

9 Procès-verbal d'essai

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

- a) référence de la méthode utilisée, c'est-à-dire ISO 6598;
- b) résultats et mode d'expression employé;
- c) tous détails particuliers relevés au cours de l'essai;
- d) compte rendu de toutes opérations non prévues dans la présente Norme internationale ou dans la Norme internationale à laquelle il est fait référence, ou facultatives, ainsi que tous les incidents susceptibles d'avoir agi sur les résultats.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 6598:1985](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/33861d79-d800-4c63-ace1-c8cca66a7560/iso-6598-1985)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/33861d79-d800-4c63-ace1-c8cca66a7560/iso-6598-1985>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6598:1985

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/33861d79-d800-4c63-ace1-c8cca66a7560/iso-6598-1985>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6598:1985

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/33861d79-d800-4c63-ace1-c8cca66a7560/iso-6598-1985>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6598:1985

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/33861d79-d800-4c63-ace1-c8cca66a7560/iso-6598-1985>