



## Acide phosphorique à usage industriel — Dosage du calcium — Méthode titrimétrique

*Phosphoric acid for industrial use — Determination of calcium content — Titrimetric method*

Première édition — 1981-11-15

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

ISO 848:1981

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ac63c0ef-c5dd-4267-8903-b45a4bf2ab3d/iso-848-1981>

---

CDU 661.634 : 543.24 : 546.41

Réf. n° : ISO 848-1981 (F)

Descripteurs : produit industriel, acide phosphorique, analyse chimique, dosage, calcium, détermination du titre.

## 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 848 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 47, *Chimie*, et a été soumise aux comités membres en février 1980.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

Afrique du Sud, Rép. d'	France	Roumanie
Allemagne, R. F.	Hongrie	Royaume-Uni
Autriche	Inde	Suisse
Belgique	Italie	Tchécoslovaquie
Chine	Mexique	Thaïlande
Corée, Rép. de	Philippines	URSS
Égypte, Rép. arabe d'	Pologne	

Le comité membre du pays suivant l'a désapprouvée pour des raisons techniques :

Pays-Bas

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

Cette Norme internationale annule et remplace la Recommandation ISO/R 848-1968, dont elle constitue une révision technique.

# Acide phosphorique à usage industriel — Dosage du calcium — Méthode titrimétrique

## 1 Objet

La présente Norme internationale spécifie une méthode titrimétrique de dosage du calcium dans l'acide phosphorique à usage industriel.

## 2 Domaine d'application

### 2.1 Cas général

La méthode générale est applicable à l'acide phosphorique ne contenant pas d'acides polyphosphoriques et aux produits dont la teneur en calcium est égale ou supérieure à 0,020 % (*m/m*).

### 2.2 Cas particulier

Si l'on n'est pas sûr de l'absence d'acides polyphosphoriques, procéder comme spécifié dans le chapitre 8 pour le cas particulier.

## 3 Principe

Précipitation du calcium à l'état d'oxalate à pH  $4 \pm 0,3$ .

Filtration du précipité, dissolution dans l'acide chlorhydrique et seconde précipitation de l'oxalate dans les mêmes conditions afin de purifier le précipité.

Titration oxydimétrique, en solution sulfurique, par le permanganate de potassium.

## 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 Acide sulfurique**,  $\rho$  1,84 g/ml environ, solution à 96 % (*m/m*) environ.

**4.2 Acide chlorhydrique**,  $\rho$  1,19 g/ml environ, solution à 37 % (*m/m*) environ.

**4.3 Ammoniaque**,  $\rho$  0,91 g/ml environ, solution à 25 % (*m/m*) environ.

**4.4 Chlorure d'ammonium**, solution saturée à la température ambiante (300 g/l environ).

**4.5 Oxalate d'ammonium**, solution à 40 g/l.

**4.6 Permanganate de potassium**, solution titrée,  $c(1/5 \text{ KMnO}_4) = 0,1 \text{ mol/l}$ .

## 5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

**5.1 pH-mètre.**

**5.2 Appareil de Witt**, pouvant contenir un bécher de 250 ml (voir la figure).

**5.3 Entonnoir**, de diamètre 60 mm environ, muni d'une plaque filtrante en verre fritté de la série P 10 (dimension des pores comprise entre 4 et 10  $\mu\text{m}$ ).

## 6 Mode opératoire

### 6.1 Prise d'essai

Peser par différence, à 0,01 g près, 50 g environ de l'échantillon pour essai.

### 6.2 Dosage

#### 6.2.1 Préparation de la solution d'essai

Placer la prise d'essai (6.1) dans un bécher de capacité convenable (par exemple 250 ml), ajouter 50 ml d'eau et 20 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.2), porter à ébullition, refroidir et transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 500 ml. Compléter au volume, homogénéiser et filtrer, si nécessaire, sur un papier filtre sec, en recueillant le filtrat dans un récipient sec.

**6.2.2 Première précipitation de l'oxalate de calcium**

Prélever 100,0 ml du filtrat (6.2.1) et les introduire dans un bécher de capacité convenable (par exemple 250 ml). Ajouter 10 ml de la solution de chlorure d'ammonium (4.4) et 50 ml de la solution d'oxalate d'ammonium (4.5). En agitant continuellement, élever progressivement le pH jusqu'à  $4 \pm 0,3$ , par ajout goutte à goutte, de la solution d'ammoniaque (4.3), en contrôlant au moyen du pH-mètre (5.1).

Porter à ébullition et la maintenir durant 10 min, puis laisser déposer le précipité durant 20 min environ. Filtrer par décantation, au moyen de l'appareil de Witt (5.2), sur l'entonnoir (5.3), en ayant soin de laisser dans le bécher la plus grande partie du précipité.

**6.2.3 Dissolution de l'oxalate de calcium**

Introduire, dans l'appareil de Witt, le bécher contenant la plus grande partie du précipité. Sans faire le vide, verser sur l'entonnoir, monté sur l'appareil, 10 ml environ d'eau et, ensuite, 1 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.2).

Quelques minutes après, ouvrir légèrement la trompe à vide et recueillir le filtrat dans le bécher.

Débrancher l'appareil de la trompe et répéter à nouveau l'opération avec 10 ml d'eau et 1 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.2). Ensuite, en opérant sous vide, laver soigneusement l'entonnoir avec de l'eau (au total 70 à 80 ml).

Retirer le bécher de l'appareil de Witt, chauffer pour parfaire la dissolution de l'oxalate de calcium et laisser refroidir à la température ambiante.

**6.2.4 Seconde précipitation de l'oxalate de calcium et redissolution**

Ajouter, à la solution froide, 10 ml de la solution de chlorure d'ammonium (4.4) et 50 ml de la solution d'oxalate d'ammonium (4.5). En agitant continuellement, élever progressivement le pH jusqu'à  $4 \pm 0,3$  par ajout, goutte à goutte, de la solution d'ammoniaque (4.3), en contrôlant au moyen du pH-mètre (5.1).

Porter à ébullition et la maintenir durant 20 min, puis laisser déposer le précipité durant 20 min. Filtrer par décantation, au moyen de l'appareil de Witt (5.2), sur l'entonnoir (5.3), en ayant soin de laisser dans le bécher la plus grande partie du précipité. Laver par décantation le précipité dans le bécher en utilisant huit à dix fois 10 ml d'eau.

Introduire, dans l'appareil de Witt, le bécher contenant la plus grande partie du précipité. Sans faire le vide, verser sur l'entonnoir, monté sur l'appareil, 12 ml environ d'une solution bouillante contenant 2 ml de la solution d'acide sulfurique (4.1).

Quelques minutes après, ouvrir légèrement la trompe à vide et recueillir le filtrat dans le bécher.

Débrancher l'appareil de la trompe et répéter quatre fois le dernier traitement acide. Ensuite, en opérant sous vide, laver soigneusement l'entonnoir avec 150 ml environ d'eau.

Retirer le bécher de l'appareil de Witt et chauffer, en agitant, pour parfaire éventuellement la dissolution de l'oxalate de calcium.

**6.2.5 Titrage de l'oxalate de calcium**

Ajuster la température de la solution à 70 °C environ et titrer avec la solution de permanganate de potassium (4.6) jusqu'à coloration rose clair persistant durant 1 min.

À la fin du titrage, la température ne doit pas être inférieure à 60 °C.

**7 Expression des résultats**

La teneur en calcium, exprimée en pourcentage en masse de Ca, est donnée par la formule

$$\frac{V \times 0,002\ 005 \times r_D \times 100}{m}$$

$$= \frac{V \times r_D \times 0,200\ 5}{m}$$

$V$  est le volume, en millilitres, de la solution de permanganate de potassium (4.6), utilisé pour le titrage (6.2.5);

$r_D$  est le rapport du volume de la solution d'essai (6.2.1) au volume de la partie aliquotée prélevée pour le dosage (voir 6.2.2);

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

0,002 005 est la masse, en grammes, de calcium (Ca) correspondant à 1,00 ml de solution de permanganate de potassium,  $c(1/5\ KMnO_4) = 0,100\ mol/l$ .

NOTE — Si la solution titrée employée n'a pas exactement la concentration prévue dans la liste des réactifs, une correction appropriée doit être appliquée.

Exprimer les résultats avec trois décimales.

**8 Cas particulier — Acide phosphorique contenant des acides polyphosphoriques**

**8.1 Principe**

Hydrolyse préalable des acides polyphosphoriques par ébullition prolongée en présence d'acide chlorhydrique. Dosage d'après la méthode spécifiée précédemment.

**8.2 Réactifs**

Voir chapitre 4.

**8.3 Appareillage**

Voir chapitre 5.

## 8.4 Mode opératoire

### 8.4.1 Prise d'essai

Voir 6.1.

### 8.4.2 Préparation de la solution d'essai

Introduire la prise d'essai (8.4.1) dans un ballon de capacité 250 ml environ, ajouter 10 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.2) et faire bouillir durant 20 min environ.

Refroidir, ajouter 100 ml d'eau et 10 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.2). Adapter un réfrigérant à reflux et faire bouillir durant 1 h.

Refroidir et transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 500 ml. Compléter au volume, homogénéiser et filtrer sur un papier filtre sec, en recueillant le filtrat dans un récipient sec.

### 8.4.3 Première précipitation de l'oxalate de calcium

Voir 6.2.2.

### 8.4.4 Dissolution de l'oxalate de calcium

Voir 6.2.3.

### 8.4.5 Seconde précipitation de l'oxalate de calcium et redissolution

Voir 6.2.4.

### 8.4.6 Titrage de l'oxalate de calcium

Voir 6.2.5.

## 8.5 Expression des résultats

Voir chapitre 7.

## 9 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.

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 848:1981

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ac63c0ef-c5dd-4267-8903-b45a4bf2ab3d/iso-848-1981>

Dimensions en millimètres

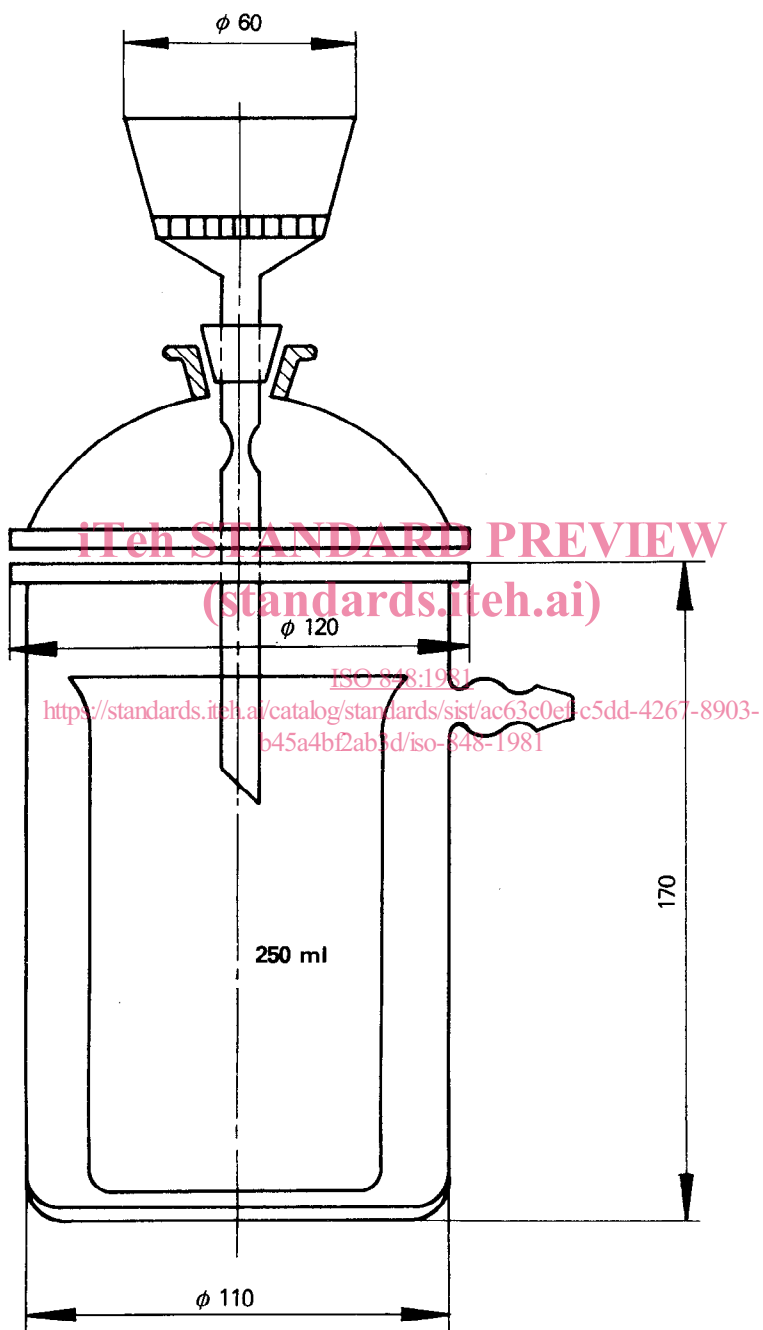


Figure — Appareil de Witt

## Annexe

### Publications ISO relatives à l'acide phosphorique à usage industriel

- 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 — Guide technique pour l'échantillonnage.
- ISO 6678 — Dosage du plomb — Méthode par spectrométrie d'absorption atomique.

ITC STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ac63c0ef-c5dd-4267-8903-b45a4bf2ab3d/iso-848-1981>

---

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

Page blanche

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

ISO 848:1981

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ac63c0ef-c5dd-4267-8903-b45a4bf2ab3d/iso-848-1981>