

---

---

## Engrais — Dosage du phosphore extrait

*Fertilizers — Determination of extracted phosphorus*

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

[ISO 15959:2016](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f88aa48f-42bb-41bc-aa68-6af3b476c2d5/iso-15959-2016)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f88aa48f-42bb-41bc-aa68-6af3b476c2d5/iso-15959-2016>



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

ISO 15959:2016

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f88aa48f-42bb-41bc-aa68-6af3b476c2d5/iso-15959-2016>



**DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT**

© ISO 2016

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office  
Case postale 401 • Ch. de Blandonnet 8  
CH-1214 Vernier, Genève  
Tél.: +41 22 749 01 11  
Fax: +41 22 749 09 47  
E-mail: [copyright@iso.org](mailto:copyright@iso.org)  
Web: [www.iso.org](http://www.iso.org)

Publié en Suisse

## Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
<b>1</b> <b>Domaine d'application</b> .....	<b>1</b>
<b>2</b> <b>Références normatives</b> .....	<b>1</b>
<b>3</b> <b>Termes et définitions</b> .....	<b>1</b>
<b>4</b> <b>Principe</b> .....	<b>1</b>
<b>5</b> <b>Échantillonnage et préparation de l'échantillon</b> .....	<b>1</b>
<b>6</b> <b>Réactifs</b> .....	<b>2</b>
<b>7</b> <b>Appareillage</b> .....	<b>2</b>
<b>8</b> <b>Mode opératoire</b> .....	<b>3</b>
8.1    Traitement de la solution.....	3
8.2    Hydrolyse.....	3
8.3    Pesée du creuset.....	3
8.4    Précipitation.....	3
8.5    Filtration et lavage.....	4
8.6    Séchage et pesée.....	4
8.7    Essai à blanc.....	4
8.8    Vérification.....	4
<b>9</b> <b>Calcul et expression du résultat</b> .....	<b>4</b>
<b>10</b> <b>Fidélité</b> .....	<b>5</b>
10.1   Essais interlaboratoires.....	5
10.2   Répétabilité.....	5
10.3   Reproductibilité.....	5
<b>11</b> <b>Rapport d'essai</b> .....	<b>6</b>
<b>Annexe A (informative) Résultats statistiques de l'essai interlaboratoires</b> .....	<b>7</b>
<b>Bibliographie</b> .....	<b>9</b>

## 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 en général 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. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier, de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir [www.iso.org/directives](http://www.iso.org/directives)).

L'attention est attirée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir [www.iso.org/brevets](http://www.iso.org/brevets)).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: [www.iso.org/iso/fr/avant-propos.html](http://www.iso.org/iso/fr/avant-propos.html)

L'ISO 15959 a été élaborée par le CEN/TC 260 en tant que CEN/TS 15959:2009 et a été adoptée (sans autres modifications que celles stipulées ci-après) par le comité technique ISO/TC 134, *Engrais et amendements*.

Les modifications suivantes ont été apportées:

- le dihydrogénophosphate de potassium a été ajouté dans les réactifs ([Article 6](#));
- les CEN/TS 15956, CEN/TS 15957 et CEN/TS 15958 sont devenues des normes EN;
- autres modifications éditoriales.

# Engrais — Dosage du phosphore extrait

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de dosage du phosphore dans des extraits d'engrais.

La méthode est applicable à tous les extraits d'engrais pour le dosage des différentes formes de phosphore telles que le phosphore soluble dans les acides minéraux, dans l'eau, dans des solutions de citrate d'ammonium, dans l'acide citrique à 2 % et dans l'acide formique à 2 %.

## 2 Références normatives

Les documents suivants, en tout ou partie, sont référencés de façon normative dans le présent document et sont indispensables pour son application. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 14820-2, *Engrais et amendements minéraux basiques — Échantillonnage et préparation de l'échantillon — Partie 2: Préparation des échantillons*

EN 12944-1, *Engrais et amendements calciques et/ou magnésiens — Vocabulaire — Partie 1: termes généraux*

EN 12944-2, *Engrais et amendements calciques et/ou magnésiens — Vocabulaire — Partie 2: termes relatifs aux engrais*

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f88aa48f-42bb-41bc-aa68-6af3b476c2d5/iso-15959-2016>

## 3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions donnés dans l'EN 12944-1 et l'EN 12944-2 s'appliquent.

## 4 Principe

Après une éventuelle hydrolyse, le phosphore est précipité en milieu acide sous forme de phosphomolybdate de quinoléine.

Une fois filtré et lavé, le précipité est séché à 250 °C, puis pesé.

Dans les conditions mentionnées préalablement, si un réactif à base de molybdate de sodium ou de molybdate d'ammonium est utilisé pour la précipitation, les composés susceptibles d'être présents dans la solution (acides organiques ou minéraux, ions ammonium, silicates solubles, etc.) n'exercent aucune action d'interférence.

## 5 Échantillonnage et préparation de l'échantillon

L'échantillonnage ne fait pas partie de la méthode spécifiée dans la présente Norme internationale. Une méthode d'échantillonnage recommandée est indiquée dans l'ISO 14820-1.

La préparation de l'échantillon doit être effectuée conformément à l'ISO 14820-2. Le broyage de l'échantillon de laboratoire est recommandé pour des raisons d'homogénéité.

## 6 Réactifs

6.1 Eau, distillée ou déminéralisée.

6.2 Acide nitrique concentré,  $\rho = 1,40$  g/ml.

### 6.3 Préparation des réactifs

#### 6.3.1 Préparation du réactif à base de molybdate de sodium

Solution A: Dissoudre 70 g de molybdate de sodium dihydraté dans 100 ml d'eau distillée.

Solution B: Dissoudre 60 g d'acide citrique monohydraté dans 100 ml d'eau distillée et ajouter 85 ml d'acide nitrique concentré (6.2).

Solution C: Agiter la solution A mélangée à la solution B afin d'obtenir une solution C.

Solution D: Ajouter 35 ml d'acide nitrique concentré (6.2) à 50 ml d'eau distillée, puis 5 ml de quinoléine fraîchement distillée. Ajouter cette solution à la solution C, bien mélanger et laisser reposer toute une nuit à l'obscurité. Ensuite, compléter jusqu'à 500 ml avec de l'eau distillée, mélanger à nouveau et filtrer à travers un entonnoir en verre fritté (7.7).

#### 6.3.2 Préparation du réactif à base de molybdate d'ammonium

Solution A: Dissoudre 100 g de molybdate d'ammonium dans 300 ml d'eau distillée, en chauffant doucement et en agitant de temps en temps.

Solution B: Dissoudre 120 g d'acide citrique monohydraté dans 200 ml d'eau distillée et ajouter 170 ml d'acide nitrique concentré (6.2).

Solution C: Ajouter 10 ml de quinoléine fraîchement distillée à 70 ml d'acide nitrique concentré (6.2).

La quinoléine peut être achetée dans le commerce et peut être utilisée à la place de la quinoléine fraîchement distillée. De plus, il convient d'examiner périodiquement la solution mère de quinoléine pour détecter toute dégradation de la couleur et il convient de la remplacer par une nouvelle solution mère si nécessaire.

Solution D: Verser doucement, en agitant bien, la solution A dans la solution B. Après avoir bien mélangé, ajouter la solution C à ce mélange et compléter jusqu'à 1 l. Laisser reposer pendant deux jours à l'obscurité et filtrer à travers un entonnoir en verre fritté (7.7), ou du papier-filtre de porosité similaire.

Les réactifs 6.3.1 et 6.3.2 peuvent être utilisés de la même manière; les deux doivent être conservés à l'obscurité dans des flacons en polyéthylène bouchés.

6.4 Dihydrogénophosphate de potassium, contenant 0,01 g de  $P_2O_5$ .

## 7 Appareillage

7.1 Équipement de laboratoire usuel.

7.2 Erlenmeyer de 500 ml, à col large.

7.3 Pipettes graduées, de 10 ml, 25 ml et 50 ml.

7.4 Creuset filtrant, d'une porosité de 5  $\mu\text{m}$  à 20  $\mu\text{m}$ .

7.5 Buchner.

7.6 Étuve de séchage, réglée à  $(250 \pm 10)$  °C.

7.7 Entonnoir en verre fritté, d'une porosité de 5 µm à 20 µm ou papier-filtre de porosité similaire.

## 8 Mode opératoire

### 8.1 Traitement de la solution

Au moyen d'une pipette (7.3), prélever une partie aliquote contenant environ 0,01 g de  $P_2O_5$  comme spécifié dans le Tableau 1 de l'engrais préparé et préalablement extrait (voir les Références [3], [4], [5], [6], [7], [8], [9], [10] et [11]). Introduire la partie aliquote dans l'Erlenmeyer (7.2). Ajouter 15 ml d'acide nitrique concentré (6.2) et diluer avec de l'eau jusqu'à obtention de 100 ml environ. Lorsque la solution à précipiter contient plus de 15 ml de solution de citrate (citrate neutre, citrate alcalin Petermann ou Joulie), une quantité de 21 ml d'acide nitrique concentré (6.2) doit être ajoutée.

Tableau 1 — Détermination des parties aliquotes des solutions de phosphate

% de $P_2O_5$ dans l'engrais	% de P dans l'engrais	Échantillon pour analyse g	Dilution en ml	Échantillon ml	Dilution en ml	Échantillon à précipiter ml	Facteur de conversion du phosphomolybdate de quinoléine (F) en % de $P_2O_5$	Facteur de conversion du phosphomolybdate de quinoléine (F') en % de P
5 à 10	2,2 à 4,4	1	500	—	—	50	32,074	13,984
		5	500	—	—	10	32,074	13,984
10 à 25	4,4 à 11,0	1	500	—	—	25	64,148	27,968
		5	500	50	500	50	64,148	27,968
>25	>11	1	500	—	—	10	160,370	69,921
		5	500	50	500	25	128,296	55,937

### 8.2 Hydrolyse

Si la solution est susceptible de contenir des métaphosphates, des pyrophosphates ou des polyphosphates, effectuer l'hydrolyse de la manière suivante.

Amener lentement le contenu de l'Erlenmeyer (7.2) à ébullition et le maintenir à cette température jusqu'à ce que l'hydrolyse soit complète. Cette opération prend généralement 1 h. Les pertes par projection ou évaporation excessive pouvant réduire le volume initial de plus de moitié doivent être soigneusement évitées par la mise en place d'un réfrigérant à reflux. Une fois l'hydrolyse terminée, ramener au volume initial avec de l'eau (6.1).

### 8.3 Pesée du creuset

Sécher le creuset filtrant (7.4) pendant au moins 15 min dans l'étuve de séchage (7.6) réglée à  $(250 \pm 10)$  °C. Refroidir dans un dessiccateur et peser à 0,000 1 g près.

### 8.4 Précipitation

Chauffer la solution acide contenue dans l'Erlenmeyer (7.2) jusqu'à ce qu'elle commence à bouillir. Commencer ensuite la précipitation du phosphomolybdate de quinoléine en ajoutant 40 ml du réactif de précipitation (6.3.1 ou 6.3.2) goutte à goutte, en agitant continuellement. Pour précipiter des solutions de phosphate contenant plus de 15 ml de solution de citrate (neutre, Petermann ou Joulie) acidifiées au moyen de 21 ml d'acide nitrique concentré (voir 8.1), une quantité de 80 ml de réactif de précipitation

doit être utilisée. Placer l'Erlenmeyer dans un bain-marie chaud (température >80 °C), l'y laisser pendant 15 min en l'agitant de temps en temps. Sortir la fiole du bain-marie et la laisser refroidir avant de filtrer la solution.

### 8.5 Filtration et lavage

Filtrer la solution sous vide par décantation. Laver le précipité dans l'Erlenmeyer (7.2) au moyen de 30 ml d'eau (6.1). Décanter et filtrer la solution. Répéter ce processus cinq fois. Transvaser quantitativement tout le reste du précipité dans le creuset en lavant à l'eau. Laver quatre fois avec 20 ml d'eau en laissant filtrer le liquide complètement avant chaque ajout. Sécher soigneusement le précipité.

### 8.6 Séchage et pesée

Essuyer l'extérieur du creuset au moyen d'un papier-filtre ou d'un tissu nettoyant. Placer ce creuset dans une étuve de séchage (7.6) et l'y maintenir jusqu'à ce que sa masse reste constante, à une température de 250 °C (généralement 15 min mais sans dépasser 30 min); laisser refroidir dans un dessiccateur à température ambiante, puis peser rapidement.

### 8.7 Essai à blanc

Pour chaque série de dosages, effectuer un essai à blanc en utilisant uniquement les réactifs et les solvants dans les proportions utilisées au cours de l'extraction (solution de citrate, etc.) et en tenir compte lors du calcul du résultat final.

### 8.8 Vérification

Effectuer le dosage en utilisant une partie aliquote d'une solution de dihydrogénophosphate de potassium contenant 0,01 g de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> (6.4).

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 15959:2016

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f88aa48f-42bb-41bc-aa68-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f88aa48f-42bb-41bc-aa68-af3b476c2d5/iso-15959-2016)

## 9 Calcul et expression du résultat

[af3b476c2d5/iso-15959-2016](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f88aa48f-42bb-41bc-aa68-af3b476c2d5/iso-15959-2016)

Si les échantillons destinés aux analyses et dilutions sont utilisés conformément au [Tableau 1](#), calculer la fraction massique,  $w_p$ , en pourcentage, selon la [Formule \(1\)](#):

$$w_p = (m_1 - m_2) \times F' \tag{1}$$

Si les échantillons destinés aux analyses et dilutions sont utilisés conformément au [Tableau 1](#), calculer la fraction massique,  $w_{P_2O_5}$ , en pourcentage, selon la [Formule \(2\)](#):

$$w_{P_2O_5} = (m_1 - m_2) \times F \tag{2}$$

où

$m_1$  est la masse du phosphomolybdate de quinoléine, en grammes;

$m_2$  est la masse du phosphomolybdate de quinoléine obtenu lors de l'essai à blanc, en grammes;

$F$  et  $F'$  sont les facteurs donnés dans les deux dernières colonnes du [Tableau 1](#).



Si les échantillons destinés aux analyses et dilutions diffèrent de ceux du [Tableau 1](#), calculer la fraction massique,  $w_P$ , en pourcentage, selon la [Formule \(3\)](#):

$$w_P = \frac{(m_1 - m_2) \times f' \times D \times 100}{M} \quad (3)$$

Si les échantillons destinés aux analyses et dilutions diffèrent de ceux du [Tableau 1](#), calculer la fraction massique,  $w_{P_2O_5}$ , en pourcentage, selon la [Formule \(4\)](#):

$$w_{P_2O_5} = \frac{(m_1 - m_2) \times f \times D \times 100}{M} \quad (4)$$

où

$m_1$  est la masse du phosphomolybdate de quinoléine, en grammes;

$m_2$  est la masse du phosphomolybdate de quinoléine obtenu lors de l'essai à blanc, en grammes;

$f$  et  $f'$  sont les facteurs du phosphomolybdate de quinoléine dans  $P_2O_5 = 0,032\ 074$ , ( $f$ ) ou dans  $P = 0,013\ 984$  ( $f'$ );

$D$  est le facteur de dilution;

$M$  est la masse de la prise d'essai analysée, en grammes.

iTech STANDARD PREVIEW  
(standards.itech.ai)

## 10 Fidélité

### 10.1 Essais interlaboratoires ISO 15959:2016

<https://standards.itech.ai/catalog/standards/sist/f88aa48f-42bb-41bc-aa68->

Des essais interlaboratoires ont été effectués en 2008 en s'appuyant sur des méthodes d'extraction conformes à l'EN 15956, l'EN 15957 et l'EN 15958. Le nombre de laboratoires participants et les différents échantillons extraits d'engrais sont mentionnés dans l'[Annexe A](#), dans les [Tableaux A.1](#) à [A.3](#). La répétabilité et la reproductibilité ont été calculées conformément à l'ISO 5725-2.

Les valeurs obtenues lors de ces essais interlaboratoires peuvent ne pas être applicables à des plages de concentration et des matrices différentes de celles spécifiées dans l'[Annexe A](#).

### 10.2 Répétabilité

La différence absolue entre deux résultats d'essai indépendants obtenus par la même méthode sur un matériau d'essai identique, dans le même laboratoire, par le même opérateur utilisant le même équipement dans un bref intervalle de temps, ne dépassera les valeurs de  $r$  données dans le [Tableau 2](#) que dans 5 % des cas au plus.

### 10.3 Reproductibilité

La différence absolue entre deux résultats d'essai indépendants obtenus par la même méthode sur un matériau d'essai identique, dans des laboratoires différents, par différents opérateurs utilisant des équipements différents, ne dépassera les valeurs de  $R$  indiquées dans le [Tableau 2](#) que dans 5 % des cas au plus.