
NORME INTERNATIONALE 3706

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

Acide phosphorique à usage industriel (y compris les industries alimentaires) — Dosage de l'oxyde de phosphore(V) total — Méthode gravimétrique au phosphomolybdate de quinoléine

Phosphoric acid for industrial use (including foodstuffs) — Determination of total phosphorus(V) oxide content — Quinoline phosphomolybdate gravimetric method

Première édition — 1976-11-15

[ISO 3706:1976](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/375a17a3-186f-4ef2-92f5-6e30c4041192/iso-3706-1976>



CDU 661.634 : 546.185-31 : 543.21

Réf. n° : ISO 3706-1976 (F)

Descripteurs : acide phosphorique, additif alimentaire, industrie alimentaire, analyse chimique, dosage, oxyde de phosphore, méthode gravimétrique, phosphomolybdate de quinoléine.

AVANT-PROPOS

L'ISO (Organisation Internationale de Normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (Comités Membres ISO). L'élaboration des Normes Internationales est confiée aux Comités Techniques 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 3706 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 47, *Chimie*, et a été soumise aux Comités Membres en février 1975.

Elle a été approuvée par les Comités Membres des pays suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	Hongrie	Portugal
Allemagne	Israël	Roumanie
Autriche	Italie	Royaume-Uni
Belgique	Nouvelle-Zélande	Suisse
Brésil	Pays-Bas	Turquie
France	Pologne	Yougoslavie

Aucun Comité Membre n'a désapprouvé le document.

Acide phosphorique à usage industriel (y compris les industries alimentaires) — Dosage de l'oxyde de phosphore(V) total — Méthode gravimétrique au phosphomolybdate de quinoléine

1 OBJET

La présente Norme Internationale spécifie une méthode gravimétrique au phosphomolybdate de quinoléine pour le dosage de l'oxyde de phosphore(V) total dans l'acide phosphorique à usage industriel (y compris les industries alimentaires).

2 DOMAINE D'APPLICATION

La méthode est applicable aux acides phosphoriques contenant ou non des acides polyphosphoriques, homogènes ou non.

3 PRINCIPE

Hydrolyse préalable des acides polyphosphoriques par ébullition en présence d'acide chlorhydrique. Précipitation de l'acide phosphorique sous forme de phosphomolybdate de quinoléine, en présence d'acétone. Filtration, lavage, séchage et pesée du précipité.

4 RÉACTIFS

Au cours de l'analyse, n'utiliser que des réactifs de qualité analytique reconnue, et que de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

4.1 Acide chlorhydrique, ρ 1,19 g/ml environ, solution à 38 % (m/m) ou 12 N environ.

4.2 Réactif citromolybdique

4.2.1 Dissoudre 70 g de molybdate de sodium dihydraté ($\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) dans 150 ml d'eau.

4.2.2 Dissoudre 60 g d'acide citrique monohydraté ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$) dans 150 ml d'eau et ajouter 85 ml de solution d'acide nitrique, ρ 1,40 g/ml environ, solution à 68 % (m/m) ou 14 N environ.

4.2.3 Verser, en agitant, la solution (4.2.1) dans la solution (4.2.2).

4.2.4 Ajouter, à 100 ml d'eau, 35 ml de solution d'acide nitrique, ρ 1,40 g/ml environ, solution à 68 % (m/m) ou 14 N environ, puis 5 ml de quinoléine récemment distillée.

4.2.5 Verser la solution (4.2.4) dans la solution (4.2.3) et homogénéiser.

Laisser reposer durant 12 h au moins et filtrer sur le creuset filtrant (5.1).

Conserver cette solution à l'abri de la lumière dans un flacon bien bouché.

4.2.6 Ajouter, à la solution (4.2.5), 280 ml d'acétone et compléter le volume à 1 000 ml avec de l'eau.

Ne pas conserver cette solution plus de 1 semaine; la conserver dans les mêmes conditions que la solution (4.2.5).

5 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Creuset filtrant, à plaque en verre fritté de porosité P10 (diamètre des pores compris entre 4 et 10 μm).

5.2 Étuve électrique, réglable à 250 ± 10 °C.

6 MODE OPÉRATOIRE

6.1 Prise d'essai et préparation de la solution d'essai

6.1.1 Acide phosphorique homogène (ou contenant un précipité facile à mettre en suspension)

Peser par différence, à 0,000 2 g près, $5 \pm 0,2$ g de l'échantillon pour essai; opérer de sorte qu'il n'y ait aucune reprise ou perte d'humidité.

Introduire la prise d'essai dans un ballon de 250 ml environ, ajouter 10 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.1), couvrir d'un verre de montre et faire bouillir durant 10 min environ. Refroidir, ajouter 100 ml environ d'eau et 10 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.1). Transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 500 ml, compléter au volume et homogénéiser.

Prélever 50,0 ml de cette solution, les introduire dans une fiole jaugée de 500 ml, compléter au volume et homogénéiser (solution A).

Préparer cette dilution au moment de l'emploi.

6.1.2 Acide phosphorique non homogène, contenant un précipité difficile à mettre en suspension

Peser par différence, à 0,05 % près, la totalité de l'échantillon pour titre¹⁾; opérer de sorte qu'il n'y ait aucune reprise ou perte d'humidité.

Transvaser l'échantillon dans un flacon en polyéthylène ou en polypropylène, de capacité convenable, en le rendant homogène par dilution ou par tout autre traitement n'entraînant aucune perte de constituants.

Après homogénéisation, prélever, en pesant par différence, à 0,05 % près, une prise d'essai contenant 5 g environ de l'acide phosphorique initial, l'introduire dans un bécher de 250 ml, ajouter 10 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.1) et couvrir d'un verre de montre. Faire bouillir durant 10 min environ. Refroidir, ajouter 100 ml environ d'eau et 10 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.1). Transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 500 ml, compléter au volume et homogénéiser.

Prélever 50,0 ml de cette solution, les introduire dans une fiole jaugée de 500 ml, compléter au volume et homogénéiser (solution A).

Préparer cette dilution au moment de l'emploi, et filtrer si nécessaire.

NOTE – L'homogénéisation peut généralement s'effectuer par simple dilution avec de l'eau (ou avec une solution d'acide chlorhydrique dilué) par agitation prolongée en flacon bouché, la quantité de liquide ajouté étant pesée à 0,05 % près.

Lorsque ce traitement s'avère insuffisant, il convient d'effectuer un traitement plus efficace qui peut dépendre de chaque cas particulier (traitement à l'eau chaude par agitation en flacon bouché, par exemple).

Dans le cas, enfin, où un dépôt insoluble reste adhérent aux parois du récipient contenant l'échantillon pour titre, ou reste indispersible, il convient de le récupérer séparément, de le peser et de l'analyser à part.

6.2 Essai à blanc

Effectuer, parallèlement au dosage et en suivant le même mode opératoire, un essai à blanc en employant les mêmes quantités de tous les réactifs que celles utilisées pour le dosage.

6.3 Dosage

En fonction de la teneur présumée en oxyde de phosphore(V), prélever la partie aliquote de la solution A (6.1) indiquée dans le tableau suivant et l'introduire dans un bécher de 400 ml.

Teneur présumée en P ₂ O ₅	Partie aliquote de solution A (6.1) à prélever
% (m/m)	ml
Inférieure à 30	50
Comprise entre 30 et 50	25
Supérieure à 50	20

Diluer à 100 ml environ et ajouter 100 ml du réactif citromolybdique (4.2). Couvrir le bécher d'un verre de montre, le chauffer sous une hotte, sur une plaque chauffante, jusqu'à ce que son contenu atteigne la température de 75 ± 5 °C et maintenir à cette température durant 30 s environ. (Ne pas utiliser de flamme et ne pas agiter pendant l'addition du réactif ni pendant le chauffage, afin d'éviter la formation de grumeaux.) Laisser refroidir jusqu'à la température ambiante, en agitant, à trois ou quatre reprises, avec une baguette en verre.

Sécher le creuset filtrant (5.1), dans l'étuve (5.2) réglée à 250 ± 10 °C, durant 15 min comptées à partir de la stabilisation de la température. Laisser refroidir dans un dessiccateur garni de gel de silice en bonnes conditions et tarer à 0,000 1 g près.

Décanter le liquide à travers le creuset filtrant (5.1) et laver le précipité six fois, par décantation, en utilisant chaque fois 30 ml environ d'eau. Transférer quantitativement le précipité sur le creuset filtrant (5.1) à l'aide de jets de pissette. Laver ensuite le précipité quatre fois, en ne rajoutant de l'eau qu'après avoir essoré par aspiration.

Placer le creuset filtrant dans l'étuve (5.2) maintenue à 250 ± 10 °C et l'y laisser séjourner 15 min comptées à partir de la stabilisation de la température. Laisser refroidir, durant 30 min ou plus, dans un dessiccateur garni de gel de silice en bonnes conditions et peser à 0,000 1 g près.

7 EXPRESSION DES RÉSULTATS

7.1 Mode de calcul et formules

La teneur en oxyde de phosphore(V) total, exprimée en pourcentage en masse de P₂O₅, est donnée par les formules :

7.1.1 Acide phosphorique homogène (voir 6.1.1)

$$(m_1 - m_2) \times 0,032\ 07 \times \frac{500}{50} \times D \times \frac{100}{m_0} = \frac{32,07 \times D \times (m_1 - m_2)}{m_0}$$

¹⁾ La définition de l'«échantillon pour titre» sera donnée dans l'ISO 4285, *Acide phosphorique à usage industriel – Technique de l'échantillonnage*. (Actuellement au stade de projet.)

Si l'échantillon pour titre n'est pas disponible, un échantillon pour essai peut être préparé à partir de l'échantillon pour laboratoire, préalablement mélangé soigneusement afin de le rendre homogène. Dans ce cas, prélever 25 g, pesés à 0,05 % près, et les traiter comme spécifié pour l'échantillon pour essai.

7.1.2 Acide phosphorique non homogène (voir 6.1.2)

$$(m_1 - m_2) \times 0,032\,07 \times \frac{500}{50} \times D \times \frac{100}{m_0 \times \frac{m_4}{m_0 + m_3}} =$$

$$= \frac{32,07 \times D \times (m_1 - m_2) \times (m_0 + m_3)}{m_0 \times m_4}$$

où

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai (6.1);

m_1 est la masse, en grammes, du précipité obtenu avec la partie aliquote de la solution d'essai (6.3);

m_2 est la masse, en grammes, du précipité obtenu avec la partie aliquote correspondante de la solution de l'essai à blanc (6.2);

m_3 est la masse totale, en grammes, de l'eau ou des autres réactifs ajoutés pour l'homogénéisation (voir note en 6.1.2);

m_4 est la masse, en grammes, du prélèvement effectué (voir 6.1.2) après homogénéisation par dilution;

D est le rapport entre le volume de la solution d'essai (solution A) (6.1) et le volume de la partie aliquote prélevée pour le dosage (6.3);

0,032 07 est le facteur de conversion du phosphomolybdate de quinoléine en oxyde de phosphore(V).

8 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

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

- a) référence de la méthode utilisée;
- b) résultats, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;
- c) compte rendu de tous détails particuliers éventuels relevés au cours de l'essai;
- d) compte rendu de toutes opérations non prévues dans la présente Norme Internationale, ou de toutes opérations facultatives.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 3706:1976](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/375a17a3-186f-4ef2-92f5-6e30c4041192/iso-3706-1976)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/375a17a3-186f-4ef2-92f5-6e30c4041192/iso-3706-1976>

ANNEXE

PUBLICATIONS ISO RELATIVES À L'ACIDE PHOSPHORIQUE À USAGE INDUSTRIEL

ISO 847 – Dosage des sulfates – Méthode titrimétrique.

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 – Technique de l'échantillonnage.

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

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3706:1976

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/375a17a3-186f-4ef2-92f5-6e30c4041192/iso-3706-1976>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3706:1976

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/375a17a3-186f-4ef2-92f5-6e30c4041192/iso-3706-1976>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3706:1976

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/375a17a3-186f-4ef2-92f5-6e30c4041192/iso-3706-1976>