
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

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 $250 \pm 10^\circ\text{C}$.

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.