

NORME FRANÇAISE
ENREGISTRÉE

PHOSPHATES MINÉRAUX NATURELS ET ENGRAIS

DOSAGE SPECTROPHOTOMÉTRIQUE
DE L'ANHYDRIDE PHOSPHORIQUE
(Méthode au bleu de molybdène)NF
U 42-247
Août 1969**AVANT-PROPOS**

La présente norme est applicable dans le cadre général défini par la norme **NF U 42-200** « Phosphates minéraux naturels et engrais - Dosage des différentes formes d'anhydride phosphorique - Présentation d'ensemble ».

1 OBJET

La présente norme a pour objet de fixer une méthode au bleu de molybdène pour le dosage spectrophotométrique de l'anhydride phosphorique contenu dans une solution provenant de l'attaque des phosphates minéraux naturels ou de l'attaque ou de l'extraction des engrais par des réactifs appropriés.

Domaine d'application

La présente norme qui est d'application générale est plus particulièrement recommandée quand la solution à doser est colorée.

2 PRINCIPE

Hydrolyse de la solution appropriée de l'échantillon, en cas de présence réelle ou présumée de phosphates condensés, pour les ramener à l'état d'orthophosphates.

En milieu acide, les ions orthophosphoriques et les ions molybdiques forment un complexe dont la réduction fait apparaître une coloration bleue. La densité optique est proportionnelle à la concentration d'ions orthophosphoriques présents lorsque ceux-ci sont accompagnés d'un excès suffisant d'ions molybdiques.

3 RÉFÉRENCES

- NF U 42-201** « Phosphates minéraux naturels — Mise en solution de l'anhydride phosphorique total ».
- NF U 42-202** « Phosphates minéraux naturels moulus pulvérulents — Extraction de l'anhydride phosphorique soluble dans le réactif formique ».
- NF U 42-212** « Engrais — Scories Thomas — Extraction de l'anhydride phosphorique soluble dans le réactif citrique ».
- NF U 42-241** « Engrais — Mise en solution de l'anhydride phosphorique total ».
- NF U 42-242** « Engrais — Mise en solution des phosphates solubles eau — Préparation de la solution d'essai ».
- NF U 42-243** « Engrais — Extraction de l'anhydride phosphorique soluble dans l'eau et le citrate d'ammonium ».

Enregistrée
par décision
du 1969-08-07La présente norme remplace le fascicule de documentation U 42-126,
édité en juin 1965.© **AFNOR 1977**
Droits de reproduction
et de traduction réservés
pour tous pays

4 RÉACTIFS

4.1 Solution diluée de citrate d'ammonium

Introduire 100 ml de citrate de Joulie (*) dans une fiole jaugée de 500 ml.

Compléter au trait de jauge avec de l'eau distillée. Homogénéiser.

Soit A la solution ainsi obtenue.

Prélever 20 ml de solution A et les introduire dans une fiole jaugée de 250 ml.

Compléter au trait de jauge avec de l'eau distillée. Homogénéiser.

Soit B la solution ainsi obtenue.

4.2 **Acide sulfurique** ($\rho_{20} = 1,83$ g/ml) dilué à raison de 100 ml d'acide concentré pour 1 000 ml de solution.

4.3 **Acide nitrique** ($\rho_{20} = 1,38$ g/ml)

4.4 **Solution de molybdate d'ammonium** $(\text{NH}_4)_6 \text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4 \text{H}_2\text{O}$

Dissoudre 24 g de sel dans 700 ml d'eau à 50 °C. Après refroidissement, compléter à 1 000 ml avec de l'eau distillée. Homogénéiser.

4.5 Solution réductrice

Dissoudre à froid 5 g de sulfate de méthyl-*p*-aminophénol (***) dans 700 ml d'eau distillée contenant 10 g de sulfite de sodium anhydre, de qualité analytique. Après dissolution du sulfate de méthyl-*p*-aminophénol, ajouter encore 40 g de sulfite (agiter pour éviter la prise en masse du sel).

Compléter à 1 000 ml avec de l'eau distillée. Homogénéiser. Filtrer sur filtre pour filtration rapide

Conservé en flacon brun, hermétiquement bouché et pendant un délai qui n'excède pas un mois. D'une manière générale, éviter, lors de la préparation et de l'emploi de cette solution, tout contact prolongé avec l'atmosphère (utiliser, par conséquent, une fiole jaugée avec bouchon).

4.6 Solutions-étalons d'anhydride phosphorique

Préparer des solutions-étalons à l'aide de dihydrogénophosphate d'ammonium ($\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$) ou de dihydrogénophosphate de potassium (KH_2PO_4) préalablement séché pendant 2 heures à 110 °C. Utiliser des produits purs pour analyse, de titre garanti et contrôlé.

A titre d'exemple, il est possible d'opérer comme suit :

Constituer une solution-mère en introduisant 3,2417 g de dihydrogénophosphate d'ammonium ou 3,8348 g de dihydrogénophosphate de potassium dans une fiole jaugée de 1 000 ml.

Dissoudre dans environ 500 ml d'eau.

Après dissolution, compléter au volume. La solution contient 2 mg d'anhydride phosphorique au millilitre.

Préparer alors six solutions-étalons à l'aide de la solution-mère, conformément au tableau ci-après :

Solution-étalon d'indice	Solution-mère (en millilitres)	Eau distillée
T_0	0	Compléter dans tous les cas à 250 ml
$T_{0,2}$	5	
$T_{0,4}$	10	
$T_{0,6}$	15	
$T_{0,8}$	20	
T_1	25	

5 ml de chacune des solutions contiennent respectivement : 0 0,2 0,4 0,6 0,8 1 mg d'anhydride phosphorique.

(*) Préparé selon la méthode décrite dans la norme NF U 42-243.

(**) Connu sous les noms de Rhodol, Génol ou Métol,...

5 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire et notamment :

- bécher, forme basse, 400, **NF B 35-001**;
- fioles jaugées, 100, 250, **NF B 35-307**, **contrôlées périodiquement**;
- pipettes à un trait, 5, 10, 20, 25/A, **NF B 35-305**, **contrôlées périodiquement**;
- bain d'eau dont la température peut être maintenue à $35\text{ °C} \pm 1\text{ °C}$;
- étuve réglée à $110\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$.

Spectrophotomètre équipé d'un monochromateur réglé sur la longueur d'onde de 737 nm, ou photomètre équipé d'un filtre centré sur cette valeur.

6 MODE OPÉRATOIRE

6.1 REMARQUE IMPORTANTE

Le développement de la coloration bleue des solutions à analyser et des solutions-étalons doit être effectué au même moment et dans les mêmes conditions. Il importe donc de préparer en même temps dosages et étalons afin que les temps de développement soient bien les mêmes et que les conditions de température ne diffèrent pas.

6.2 DOSAGE DE L'ANHYDRIDE PHOSPHORIQUE TOTAL, SOLUBLE DANS L'EAU, SOLUBLE DANS L'EAU ET LE CITRATE D'AMMONIUM

6.2.1 Absence de méta, pyro et polyphosphates

6.2.1.1 Prise d'essai

Aucune hydrolyse n'est nécessaire. Prélever après dilution sur le filtrat d'attaque ou d'extraction un volume V ml (se reporter aux tableaux N° 1, 2 ou 3 en annexe, volumes en caractères gras).

6.2.1.2 Dosage

Introduire la prise d'essai dans une fiole jaugée de 100 ml, ajouter :

- 10 ml de solution diluée de citrate (4.1-B) **(ne pas ajouter cette solution dans le cas du dosage de l'anhydride phosphorique soluble dans l'eau et le citrate d'ammonium) (*)**;
- 5 ml de solution d'acide sulfurique (4.2) ;
- 5 ml de solution de molybdate d'ammonium (4.4).

Porter le volume à environ 50 ml avec de l'eau distillée. Agiter pendant quelques secondes et attendre 10 minutes.

Ajouter alors 10 ml de solution réductrice (4.5), boucher (**) et plonger la fiole jaugée aussitôt dans le bain à 35 °C. Le niveau de l'eau du bain doit dépasser celui du contenu de la fiole.

Au bout de 45 minutes, retirer la fiole et la refroidir à l'eau courante pendant 10 minutes. Compléter au trait de jauge avec de l'eau distillée. Homogénéiser.

Effectuer ensuite la mesure spectrophotométrique dans un délai qui n'excède pas 4 heures à partir du moment où la fiole a été retirée du bain à 35 °C.

6.2.2 Présence éventuelle de méta, pyro et polyphosphates

Si l'on n'est pas sûr de l'absence de phosphates condensés, une hydrolyse préalable est indispensable.

(*) Dans ce cas en effet, le mode d'extraction conduit à avoir dans la fraction de filtrat final 0,1 à 0,2 ml de citrate d'ammonium. Or, c'est l'absence de cette quantité que l'on compense dans les autres cas. L'addition de 10 ml de citrate dilué (1-B) correspond en effet à 0,16 ml de citrate d'ammonium.

(**) Employer des bouchons en caoutchouc, fréquemment nettoyés en les plongeant pendant 2 heures dans l'acide nitrique dilué au demi. De même pour les fioles jaugées.