

Application Bulletin

D'intérêt pour: Analyse de l'eau; Denrées alimentaires; Engrais
Lessives; Ressources minérales

A 1, 2, 7, 8, 11, 12, 15

Détermination potentiométrique des ortho-phosphates, métaphosphates et polyphosphates

Résumé

Après digestion à l'aide d'acides, la solution d'échantillon est neutralisée avec de la soude caustique jusqu'à obtention du dihydrogénophosphate de sodium. Un excès de nitrate de lanthane est alors ajouté et l'acide nitrique ainsi libéré est titré avec de la soude caustique.



Cette méthode de détermination convient à de fortes concentrations de phosphate.

Appareils et accessoires

- Titrino SET/MET 702, Titrino DMS 716, Titrino SET 719, Titrino GP 736, Titrino GPD 751 ou Titrino DMP 785 ou Titroprocesseur 726 avec Dosino 700 ou Dosimate 685
- Agitateur magnétique 2.728.0040
- Unité interchangeable de 20 mL 6.3014.223 (avec robinet plat en PCTFE/PTFE)
- Électrode de verre pH combinée 6.0239.100 avec câble d'électrode 6.2104.020

Réactifs

- Réactif de titrage $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/L}$ ou $0,01 \text{ mol/L}$
- Solution de nitrate de lanthane, $c[\text{La}(\text{NO}_3)_3] = 0,1 \text{ mol/L}$, valeur pH ajustée à 4,2
- Acide sulfurique $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1 \text{ mol/L}$
- Soude caustique $c(\text{NaOH}) = 2 \text{ mol/L}$
- Acides concentrés pour la digestion de l'échantillon:
 $w(\text{H}_2\text{SO}_4) = 96\%$ et $w(\text{HClO}_4) = 60\%$

Préparation de l'échantillon

Sels inorganiques

Dissoudre l'échantillon dans de l'eau distillée. Les orthophosphates peuvent être titrés directement.

Si l'échantillon contient cependant des métaphosphates et/ou polyphosphates, ajouter alors 1 mL d' HClO_4 concentré et 1 mL d' H_2SO_4 concentré. Chauffer ensuite et évaporer jusqu'à apparition de fumées acides. Après refroidissement, ajouter 10

mL d'eau distillée et évaporer de nouveau jusqu'à apparition de fumées acides. Laisser refroidir, rincer la solution avec de l'eau distillée dans un ballon gradué de 100 mL; remplir jusqu'à la marque et mélanger.

Échantillons contenant des matières organiques: denrées alimentaires, fourrage, boues de curage etc.

L'échantillon est séché, puis incinéré dans un four à moufle à 800 °C. Rincer le résidu refroidi avec de l'eau distillée dans un ballon de Kjeldahl et ajouter 1 mL d' HClO_4 concentré ainsi que 1 mL d' H_2SO_4 concentré. Procéder ensuite à la détermination comme décrit ci-dessus, sous métaphosphates et polyphosphates.

Analyse

Un aliquote de la solution d'échantillon préparée précédemment, contenant au maximum 30 mg de P, est pipeté dans un bécher en verre et la valeur pH est ajustée à 4,2 avec $c(\text{NaOH}) = 2 \text{ mol/L}$ ou $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1 \text{ mol/L}$. Ajouter ensuite 10 mL de la solution de $\text{La}(\text{NO}_3)_3$ et titrer en retour, jusqu'à $\text{pH} = 4,2$, avec de la soude caustique utilisant le mode SET du titreux.

Calcul

1 mL de $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/L}$ correspond à 1,5489 mg P ou 3,5486 mg P_2O_5 ou 4,7486 mg PO_4

Remarques

- Au lieu de $\text{La}(\text{NO}_3)_3$, il est aussi possible d'utiliser AgNO_3 . Ce dernier est cependant plus onéreux et en plus peut susciter des problèmes avec l'électrode de verre pH combinée (précipitation d' AgCl).
- La limite de détermination est de l'ordre de 1 mg/L P [volume d'échantillon utilisé: 100 mL, réactif de titrage: $c(\text{NaOH}) = 0,01 \text{ mol/L}$].
- Le point final du titrage à $\text{pH} = 4,2$ doit être observé aussi exactement que possible. S'il se trouve en dehors de la gamme $\text{pH} = 4,0 \dots 5,0$, on obtiendra des résultats erronés.