

---

**NORME INTERNATIONALE**



**5374**

---

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

---

## **Phosphates condensés à usage industriel (y compris les industries alimentaires) – Dosage des chlorures – Méthode potentiométrique**

*Condensed phosphates for industrial use (including foodstuffs) – Determination of chloride content – Potentiometric method*

ITeH STANDARD PREVIEW

Première édition – 1978-12-15 (standards.iteh.ai)

[ISO 5374:1978](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/548371ee-a55f-48a6-b0ae-9115e5ab3933/iso-5374-1978)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/548371ee-a55f-48a6-b0ae-9115e5ab3933/iso-5374-1978>

---

CDU 661.635 : 546.13 : 543.257.1

Réf. no : ISO 5374-1978 (F)

**Descripteurs** : phosphate, industrie alimentaire, additif alimentaire, analyse chimique, dosage, chlorure, méthode potentiométrique.

## 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 confiée aux comités techniques de l'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 5374 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 47, *Chimie*, et a été soumise aux comités membres en juin 1977.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

Afrique du Sud, Rép. d'	France	Roumanie
Allemagne, R.F.	Hongrie	Royaume-Uni
Autriche	Inde	Suisse
Belgique	Israël	Tchécoslovaquie
Bésil	Italie	Turquie
Bulgarie	Kenya	U.R.S.S.
Chili	Pays-Bas	Yougoslavie
Corée, Rép. de	Pologne	
Égypte, Rép. arabe d'	Portugal	

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

Cette Norme internationale a également été approuvée par l'Union internationale de chimie pure et appliquée (IUPAC).

# Phosphates condensés à usage industriel (y compris les industries alimentaires) – Dosage des chlorures – Méthode potentiométrique

## 1 OBJET

La présente Norme internationale spécifie une méthode potentiométrique de dosage des chlorures dans les phosphates condensés à usage industriel (y compris les industries alimentaires).

## 2 DOMAINE D'APPLICATION

La méthode est applicable aux produits dont la teneur en chlorures, exprimés en chlore (Cl), est égale ou supérieure à 30 mg/kg.

## 3 PRINCIPE

Titration potentiométrique des ions chlorure ( $\text{Cl}^-$ ) avec une solution titrée de nitrate d'argent, en milieu acide nitrique et en présence d'acétone et d'eau, à une température inférieure à 20 °C, suivi à l'aide d'électrodes en argent (électrode de mesure) et au calomel (électrode de référence) ou d'un couple d'électrodes argent-sulfate de mercure (I).

NOTE – Le mode opératoire est décrit pour une mise en œuvre manuelle, mais on peut évidemment l'appliquer en utilisant un dispositif de dosage automatique.

## 4 RÉACTIFS

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

### 4.1 Acétone.

4.2 Acide nitrique,  $\rho$  1,40 g/ml environ, solution à 68 % (m/m) environ.

4.3 Nitrate d'argent, solution 0,1 N environ.

Dissoudre, dans une fiole jaugée de 500 ml, 8,5 g de nitrate d'argent, compléter au volume et homogénéiser.

Conserver la solution dans un flacon en verre brun.

4.4 Nitrate d'argent, solution 0,01 N environ.

Prélever 50 ml de la solution de nitrate d'argent (4.3), les introduire dans une fiole jaugée de 500 ml, compléter au volume et homogénéiser.

Préparer cette solution au moment de l'emploi.

4.5 Chlorure de potassium, solution étalon de référence 0,1 N.

Peser, à 0,000 1 g près, 3,727 6 g de chlorure de potassium préalablement séché durant 1 h à 130 °C environ et refroidi en dessiccateur, les dissoudre dans un peu d'eau et transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 500 ml. Compléter au volume et homogénéiser.

Ne pas conserver cette solution plus de 1 mois.

4.6 Chlorure de potassium, solution étalon de référence 0,01 N.

Prélever 50,0 ml de la solution étalon de référence de chlorure de potassium (4.5), les introduire dans une fiole jaugée de 500 ml, compléter au volume et homogénéiser.

Préparer cette solution au moment de l'emploi.

4.7 Nitrate de potassium, solution saturée à la température ambiante.

## 5 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et

### 5.1 Appareillage pour potentiométrie, comprenant

5.1.1 Potentiomètre, sensibilité 2 mV (potentiel de -500 à +500 mV).

5.1.2 Électrode au calomel, munie d'un réservoir de sûreté rempli de solution saturée de chlorure de potassium.

5.1.3 Pont, contenant de la solution saturée de nitrate de potassium (4.7), relié à l'électrode au calomel (5.1.2) et muni, à ses extrémités, de diaphragmes poreux.

NOTE – Ce pont n'est pas nécessaire si l'on utilise le couple d'électrodes argent-sulfate de mercure (I).

5.1.4 Électrode en argent.

5.2 Agitateur électromagnétique, avec barreau enrobé de polytétrafluoroéthylène (PTFE).

5.3 Microburette, à pointe effilée, graduée en 0,01 ml.

## 6 MODE OPÉRATOIRE

### 6.1 Étalonnage de la solution de nitrate d'argent (4.4)

#### 6.1.1 Titrage

Prélever 5,00 et 10,00 ml de la solution étalon de référence de chlorure de potassium (4.6) et les introduire dans deux béchers de forme basse, de capacité convenable (par exemple 400 ml). Ajouter, dans chaque bécher, 100 ml d'eau, 200 ml de l'acétone (4.1) et 2 ml environ de la solution d'acide nitrique (4.2). Exécuter sur chacun d'eux le titrage suivant.

Introduire, dans le bécher, le barreau de l'agitateur électromagnétique (5.2) et placer le bécher dans un récipient de capacité convenable (par exemple capsule de diamètre 20 cm) contenant de l'eau avec des morceaux de glace. Placer l'ensemble récipient-bécher sur l'agitateur électromagnétique (5.2) et mettre celui-ci en marche.

Plonger un thermomètre dans le bécher et contrôler la température qui doit rester inférieure à 20 °C pendant le titrage, en ajoutant, si nécessaire, dans la capsule, de la glace broyée.

Plonger, dans la solution, l'électrode en argent (5.1.4) ainsi que l'extrémité libre du pont (5.1.3), brancher les électrodes au potentiomètre (5.1.1) et noter la valeur du potentiel de départ, après avoir vérifié le zéro de l'appareil.

Ajouter 4 ml de la solution de nitrate d'argent (4.4) dans le bécher contenant 5,00 ml de la solution étalon de référence de chlorure de potassium, et ajouter 9 ml de la solution de nitrate d'argent dans celui qui contient 10,00 ml de la solution de chlorure de potassium. Poursuivre l'addition de la solution de nitrate d'argent, par fraction de 0,1 ml à la fois, au contenu de chaque bécher. Attendre, après chaque ajout, la stabilisation du potentiel.

Noter, dans les deux premières colonnes d'un tableau, les volumes ajoutés au fur et à mesure, ainsi que les valeurs correspondantes des potentiels.

Dans une troisième colonne, noter les incréments successifs du potentiel  $E$  ( $\Delta_1 E$ ). Noter, dans une quatrième colonne, les différences ( $\Delta_2 E$ ), positives ou négatives, entre les incréments du potentiel ( $\Delta_1 E$ ).

La fin du titrage correspond à l'addition de 0,1 ml ( $V_1$ ) de la solution de nitrate d'argent (4.4) qui donne la valeur maximale de  $\Delta_1 E$ .

Pour calculer le volume exact,  $V_{EQ}$ , de la solution de nitrate d'argent (4.4) correspondant à la fin de la réaction, appliquer la formule

$$V_{EQ} = V_0 + V_1 \times \frac{b}{B}$$

où

$V_0$  est le volume, en millilitres, de la solution de nitrate d'argent (4.4), immédiatement inférieur au volume qui a donné l'incrément maximal de  $\Delta_1 E$ ;

$V_1$  est le volume, en millilitres, de la solution de nitrate d'argent (4.4), correspondant à la dernière fraction ajoutée (0,1 ml);

$b$  est la dernière valeur de  $\Delta_2 E$  avec signe +;

$B$  est la somme des valeurs absolues du dernier  $\Delta_2 E$  avec signe + et du premier  $\Delta_2 E$  avec signe - (voir exemple dans l'annexe A).

#### 6.1.2 Calcul du titre de la solution

Le titre,  $T$ , de la solution de nitrate d'argent (4.4), exprimé en normalité, est donné par la formule

$$T = T_0 \times \frac{5}{V_2 - V_3}$$

où

$T_0$  est le titre, exprimé en normalité, de la solution étalon de référence de chlorure de potassium (4.6);

$V_2$  est la valeur, en millilitres, de  $V_{EQ}$ , correspondant au titrage de 10 ml de la solution étalon de référence de chlorure de potassium (4.6);

$V_3$  est la valeur, en millilitres, de  $V_{EQ}$ , correspondant au titrage de 5 ml de la solution étalon de référence de chlorure de potassium (4.6);

5 est la différence, en millilitres, entre les deux volumes prélevés de la solution étalon de référence de chlorure de potassium (4.6).

#### 6.1.3 Calcul de la valeur de l'essai à blanc

La valeur de l'essai à blanc des réactifs,  $V_4$ , est donnée, en millilitres, par la formule

$$V_4 = 2V_3 - V_2$$

où  $V_2$  et  $V_3$  ont la même signification qu'en 6.1.2.

## 6.2 Dosage

### 6.2.1 Prise d'essai

Dans un bécher de forme basse, de capacité convenable (par exemple 400 ml), peser, à 0,001 g près, une masse de l'échantillon pour essai comprise entre 1 et 10 g, et telle qu'elle ne contienne pas plus de 1 500 µg de chlore.

### 6.2.2 Préparation de la solution d'essai

Dissoudre la prise d'essai (6.2.1) dans 100 ml d'eau. Introduire, dans le bécher, le barreau de l'agitateur électromagnétique (5.2) et placer le bécher dans un récipient de capacité convenable (par exemple capsule de diamètre 20 cm) contenant de l'eau avec des morceaux de glace. Placer l'ensemble récipient-bécher sur l'agitateur électromagnétique (5.2) et mettre celui-ci en marche.

Plonger un thermomètre dans le bécher et contrôler la température qui doit rester inférieure à 20 °C pendant la neutralisation de la solution et le titrage successif (6.2.3).

Neutraliser la solution avec la solution d'acide nitrique (4.2) jusqu'à pH 3 environ, en contrôlant au moyen d'un papier indicateur, et ajouter 2 ml en excès de cet acide et 200 ml de l'acétone (4.1).

### 6.2.3 Titrage

Plonger, dans la solution d'essai (6.2.2), l'électrode en argent (5.1.4), et opérer comme spécifié dans le quatrième alinéa de 6.1.1 et, en omettant l'ajout initial de la solution de nitrate d'argent (c'est-à-dire 4 ml ou 9 ml), compléter le titrage comme spécifié à partir du cinquième alinéa.

## 7 EXPRESSION DES RÉSULTATS

La teneur en chlorures, exprimée en milligrammes de chlore (Cl) par kilogramme, est donnée par la formule

$$\frac{354,5 T (V_5 - V_4)}{m}$$

où

$T$  est le titre, exprimé en normalité, de la solution de nitrate d'argent (4.4), déterminé selon 6.1.2;

$V_4$  est la valeur, en millilitres, de l'essai à blanc (6.1.3);

$V_5$  est la valeur, en millilitres, de  $V_{EQ}$ , correspondant au dosage (6.2.3);

$m$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai (6.2.1);

354,5 est la masse, en microgrammes, de chlore correspondant à 1 ml de solution de nitrate d'argent 0,01 N exactement.

## 8 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

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

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

(standards.iteh.ai)

ISO 5374:1978

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/548371ee-a55f-48a6-b0ae-9115e5ab3933/iso-5374-1978>

ANNEXE A

EXEMPLE

Volume de la solution de nitrate d'argent $V$	Potentiel $E$	$\Delta_1 E$	$\Delta_2 E$
ml	mV		
4,80	176	35	
4,90	211	72	+ 37
5,00	283	23	- 49
5,10	306	13	- 10
5,20	319		

$$V_{EQ} = 4,9 + 0,1 \times \frac{37}{37 + 49} = 4,943$$

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ANNEXE B

PUBLICATIONS ISO RELATIVES AUX PHOSPHATES CONDENSÉS À USAGE INDUSTRIEL  
(Y COMPRIS LES INDUSTRIES ALIMENTAIRES)

ISO 5372 — Dosage de l'arsenic — Méthode photométrique au diéthylthiocarbamate d'argent.

ISO 5373 — Dosage du calcium — Méthode par absorption atomique dans la flamme.

ISO 5374 — Dosage des chlorures — Méthode potentiométrique.

ISO 5375 — Dosage des oxydes d'azote — Méthode spectrophotométrique au xylénol-3,4.

Page blanche

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

ISO 5374:1978

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/548371ee-a55f-48a6-b0ae-9115e5ab3933/iso-5374-1978>

Page blanche

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

ISO 5374:1978

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/548371ee-a55f-48a6-b0ae-9115e5ab3933/iso-5374-1978>