

---

---

**Médecine bucco-dentaire — Analyse  
de la concentration en fluorure dans  
les solutions aqueuses en utilisant une  
électrode sélective des ions fluorures**

*Dentistry — Analysis of fluoride concentration in aqueous solutions  
by use of fluoride ion-selective electrode*

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

[ISO 19448:2018](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/11f8fb67-3e73-47c9-8c5d-55fd8d22d572/iso-19448-2018)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/11f8fb67-3e73-47c9-8c5d-55fd8d22d572/iso-19448-2018>



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

ISO 19448:2018

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/11f8fb67-3e73-47c9-8c5d-55fd8d22d572/iso-19448-2018>



**DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT**

© ISO 2018, Publié en Suisse

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie, l'affichage sur l'internet ou sur un Intranet, sans autorisation écrite préalable. Les demandes d'autorisation peuvent être adressées à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office  
Ch. de Blandonnet 8 • CP 401  
CH-1214 Vernier, Geneva, Switzerland  
Tel. +41 22 749 01 11  
Fax +41 22 749 09 47  
copyright@iso.org  
www.iso.org

## Sommaire

Page

<b>Avant-propos</b> .....	<b>iv</b>
<b>Introduction</b> .....	<b>v</b>
<b>1</b> <b>Domaine d'application</b> .....	<b>1</b>
<b>2</b> <b>Références normatives</b> .....	<b>1</b>
<b>3</b> <b>Termes et définitions</b> .....	<b>1</b>
<b>4</b> <b>Principe</b> .....	<b>1</b>
<b>5</b> <b>Réactifs et matériaux</b> .....	<b>2</b>
<b>6</b> <b>Appareillage</b> .....	<b>3</b>
<b>7</b> <b>Préparation</b> .....	<b>3</b>
7.1    Tampon TISAB.....	3
7.2    Solution mère de TISAB.....	4
7.3    Solutions étalons de fluorure.....	4
7.4    Courbe d'étalonnage.....	4
<b>8</b> <b>Mode opératoire</b> .....	<b>5</b>
8.1    Méthode d'analyse directe.....	5
8.2    Méthode des ajouts dosés.....	6
8.3    Méthode d'analyse par dilution.....	7
8.4    Méthode d'ajout d'échantillons multiples.....	7
8.5    Méthode des étalons internes.....	7
<b>9</b> <b>Notes techniques à propos des méthodes d'analyse</b> .....	<b>8</b>
<b>10</b> <b>Calculs</b> .....	<b>8</b>
10.1   Méthode d'analyse directe.....	8
10.2   Méthode des ajouts dosés.....	8
10.3   Méthode d'analyse par dilution.....	9
10.4   Méthode d'ajout d'échantillons multiples.....	9
10.5   Méthode des étalons internes.....	9
<b>11</b> <b>Rapport d'essai</b> .....	<b>10</b>
<b>12</b> <b>Résolution des problèmes</b> .....	<b>10</b>
<b>Bibliographie</b> .....	<b>11</b>

## 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 en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir [www.iso.org/directives](http://www.iso.org/directives)).

L'attention est attirée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir [www.iso.org/brevets](http://www.iso.org/brevets)).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

(standards.iteh.ai)

Pour une explication de la nature volontaire des normes, la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: [www.iso.org/avant-propos](http://www.iso.org/avant-propos).

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 106, *Médecine bucco-dentaire*, sous-comité SC 7, *Produits d'hygiène bucco-dentaire*.

## Introduction

Le fluorure est utilisé en médecine bucco-dentaire dans le cadre de la prévention des caries. Il constitue le principe actif dans la prévention des caries dans de nombreux produits dentaires tels que les dentifrices, les gels, les bains de bouche et les vernis fluorurés. La concentration en fluorure dans ces produits fait partie intégrante d'autres normes dans lesquelles la teneur en fluorure du produit est destinée à être analysée. Le présent document spécifie des méthodes utilisant la technologie de l'électrode sélective des ions fluorures pour l'analyse de la teneur totale en fluorure dans des échantillons aqueux. Les méthodes décrivent des utilisations de la technologie de l'électrode sélective des ions fluorures et prévoient que les préparations spécifiques aux échantillons telles que la digestion, la distillation, etc. aient été décrites dans les normes spécifiques aux types de produits.

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

[ISO 19448:2018](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/11f8fb67-3e73-47c9-8c5d-55fd8d22d572/iso-19448-2018)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/11f8fb67-3e73-47c9-8c5d-55fd8d22d572/iso-19448-2018>

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

ISO 19448:2018

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/11f8fb67-3e73-47c9-8c5d-55fd8d22d572/iso-19448-2018>

# Médecine bucco-dentaire — Analyse de la concentration en fluorure dans les solutions aqueuses en utilisant une électrode sélective des ions fluorures

## 1 Domaine d'application

Le présent document spécifie des méthodes d'essai applicables à la quantification des concentrations en fluorure dans les produits dentaires tels que les dentifrices, les gels, les bains de bouche, les vernis fluorurés et d'autres produits contenant du fluorure. Les méthodes reposent sur la technologie de l'électrode sélective des ions fluorures pour l'analyse du fluorure dans des échantillons aqueux prélevés sur des produits dentaires.

## 2 Références normatives

Les documents suivants sont référencés dans le texte de sorte qu'une partie ou la totalité de leur contenu constitue les exigences du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 78-2, *Chimie — Plans de normes — Partie 2: Méthodes d'analyse chimique*

ISO 835, *Verrerie de laboratoire — Pipettes graduées*

ISO 1942, *Médecine bucco-dentaire — Vocabulaire*

ISO 3696, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai*

## 3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions donnés dans l'ISO 78-2 et l'ISO 1942 s'appliquent.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>
- ISO Online Browsing Platform (OBP): disponible à l'adresse <https://www.iso.org/obp>

## 4 Principe

Cette méthode d'essai couvre la détermination de la concentration en fluorure dans des solutions aqueuses provenant de produits dentaires. Les méthodes d'essai suivantes présupposent l'utilisation d'électrodes sélectives des ions fluorures (F-ISE).

L'élément sensible de l'électrode sélective des ions fluorures est composé d'un monocristal de fluorure de lanthane dopé à l'euporium (II), LaF<sub>3</sub>. Lorsque l'élément sensible est en contact avec une solution contenant des ions fluorures, un potentiel d'électrode se développe dans cet élément. Ce potentiel, qui dépend de l'activité des ions fluorures libres {F<sup>-</sup>} en solution, est mesuré en fonction d'un potentiel d'électrode de référence constant, à l'aide d'un pH-mètre/mV-mètre numérique ou d'un potentiomètre

ISE (concentration). Un potentiel proportionnel au logarithme de l'activité des ions fluorures {F<sup>-</sup>} en solution se développe conformément à l'équation de Nernst.

$$E = E_0 + S * \log \{F^-\} \quad (1)$$

où

E est le potentiel d'électrode mesuré;

E<sub>0</sub> est le potentiel de référence (constant);

{F<sup>-</sup>} est le niveau d'activité des ions fluorures en solution;

S est la pente de l'électrode (58,2 mV par décade de différence de {F<sup>-</sup>}, à 20 °C).

Le niveau des ions fluorures {F<sup>-</sup>} est l'activité ou la «concentration efficace» en ions fluorures libres en solution. La corrélation entre l'activité des ions fluorures et la concentration en ions fluorures libres, [F], est représentée par le coefficient d'activité  $\gamma$ , lui-même en corrélation avec la force ionique de la solution. Pour ces mesurages, la force ionique des échantillons et des étalons est maintenue constante en utilisant un tampon d'ajustement de la force ionique totale (TISAB) qui permet également de chélater les cations liant le fluorure et d'optimiser le pH de la solution en fonction de la sensibilité de l'électrode sélective des ions fluorures. Lorsqu'un TISAB est utilisé pour définir la force ionique de la solution, le potentiel électrique est proportionnel à la concentration en ions fluorures en solution. Il existe plusieurs versions de TISAB. Le choix du TISAB dépend du mode opératoire de préparation de l'échantillon. Il faut savoir que d'autres interférences peuvent exister et qu'il revient à l'utilisateur et au préparateur de l'échantillon de les identifier correctement.

Une courbe d'étalonnage représentant le potentiel mesuré en fonction du logarithme de la concentration en ions fluorures de solutions étalons connues est tracée. Le potentiel relatif à l'échantillon inconnu est ensuite mesuré et la concentration en F<sup>-</sup> dans l'échantillon peut être calculée d'après la courbe d'étalonnage.

L'échantillon aura été prétraité conformément aux spécifications applicables au type d'échantillon particulier, et la composition finale est un échantillon aqueux d'un volume d'au moins 1 ml. Les échantillons contenant plus de 0,01 mol/l de F (190 mg/l de F) doivent être dilués à des concentrations inférieures à 0,01 mol/l de F avec de l'eau désionisée.

## 5 Réactifs et matériaux

### 5.1 Produits chimiques nécessaires à la préparation du tampon d'ajustement de la force ionique totale (TISAB).

5.1.1 Acide cyclohexylène dinitrilotétraacétique (CDTA) ou acide 1,2-diaminocyclohexane-N,N,N',N'-tétraacétique.

5.1.2 Acide acétique (CH<sub>3</sub>COOH), de qualité réactif.

5.1.3 Chlorure de sodium (NaCl), sel.

5.1.4 Hydroxyde de sodium (NaOH), 5 mol/l.

5.1.5 Eau désionisée, de qualité 2 selon l'ISO 3696.

### 5.2 Produits chimiques nécessaires à la préparation d'étalons de fluorure de sodium

5.2.1 Fluorure de sodium (NaF), préalablement séché pendant au moins 4 h à 150 °C.



5.2.2 Eau désionisée, de qualité 2 selon l'ISO 3696.

## 6 Appareillage

6.1 Balance analytique, précise à 0,0001 g près.

6.2 Barreau aimanté.

6.3 Agitateur.

6.4 Pipette, d'une capacité nominale de 5,0 ml à la plus petite division d'échelle: 0,05 ml; 1,0 ml à 0,01 ml; et 0,10 ml à 0,01 ml, conformément à l'ISO 835, Classe A.

6.5 Électrode sélective des ions fluorures (F-ISE) équipée d'une électrode de référence séparée, ou combinaison électrode F-ISE/électrode de référence.

6.6 Flacon en matière plastique (ou bécher ou petit conteneur), d'une capacité d'au moins 20 ml.

NOTE Le fluorure ne réagit pas avec la matière plastique mais avec le verre.

6.7 pH-mètre/mV-électromètre, d'une sensibilité de  $\pm 0,1$  mV.

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

## 7 Préparation

### 7.1 Tampon TISAB

ISO 19448:2018

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/11f8fb67-3e73-47c9-8c5d-f3992e024819/iso-19448-2018>

7.1.1 Dans un bécher de 1 l rempli avec environ 500 ml d'eau désionisée, dissoudre 57 ml de CH<sub>3</sub>COOH, 58 g de NaCl et 4 g de CDTA ou d'acide 1,2-diaminocyclohexane-N,N,N',N'-tétraacétique.

7.1.2 Refroidir à température ambiante et ajuster le pH entre 5,0 et 5,5 avec une solution de NaOH à 5 mol/l.

7.1.3 Refroidir à température ambiante, transférer dans une fiole jaugée de 1 l et compléter au trait de jauge avec de l'eau désionisée.

NOTE La préparation du tampon TISAB est décrite dans l'ASTM D1179-16[1], 18.1.

Le TISAB est le système tampon utilisé pour préparer l'échantillon pour analyse à l'aide de l'électrode sélective des ions fluorures (F-ISE). La F-ISE présente plusieurs restrictions susceptibles d'en limiter l'utilisation. Elle est uniquement sensible au fluorure ionique en solution et ne peut pas réagir aux fluorures peu dissociés tels que le fluorure de calcium. Les cations multivalents tels que le calcium, le magnésium, le fer, l'aluminium, etc., peuvent former des fluorures peu dissociés en solution qui réduisent la concentration en fluorure ionique. De plus, la F-ISE est sensible aux variations de pH ainsi qu'à la force ionique de l'échantillon. Pour des analyses précises, les échantillons et les étalons doivent avoir un pH et une force ionique identiques. Les fluorures peu dissociés doivent être dissociés afin que la totalité du fluorure présent dans l'échantillon et dans l'étalon se trouve sous sa forme ionique. Pour pallier ces restrictions, utiliser un tampon d'ajustement de la force ionique totale (TISAB) permettant d'ajuster le pH et la force ionique de l'échantillon et contenant également des chélateurs pour lier les cations susceptibles de former des fluorures peu dissociés.