NORME INTERNATIONALE ISO 3360

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

Acide phosphorique et phosphates de sodium à usage industriel (y compris les industries alimentaires) — Dosage du fluor — Méthode photométrique au complexone d'alizarine et nitrate de lanthane

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Phosphoric acid and sodium phosphates for industrial use (including foodstuffs) — Determination of fluorine content — Alizarin complexone and lanthanum nitrate photometric method

Première édition — 1976-08-15

ISO 3360:1976
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5b458eeb-6149-42d8-9334-5244308cbac2/iso-3360-1976

CDU 661.634/.635 : 546.16 : 543.42 **Réf. nº : ISO 3360-1976 (F)**

Descripteurs : composé chimique, industrie alimentaire, acide phosphorique, phosphate de sodium, analyse chimique, dosage, méthode spectrophotométrique.

Prix basé sur 5 pages

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 3360 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 47, *Chimie*, et a été soumise aux Comités Membres en janvier 1974.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Elle a été approuvée par les Comités Membres des pays suivants :

ISO 3360:1976
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5b458eeb-6149-42d8-9334-524430ecae2/iso-3360-1976

Afrique du Sud, Rép. d'	France	Royaume-Uni
Allemagne	Hongrie	Suisse
Belgique	Inde	Tchécoslovaquie
Bulgarie	Israël	Thaïlande
Chili	Italie	Turquie
Égypte, Rép. arabe d'	Nouvelle-Zélande	U.R.S.S.
Espagne	Pays-Bas	Yougoslavie
Finlande	Pologne	

Aucun Comité Membre n'a désapprouvé le document.

© **Organisation Internationale de Normalisation, 1976** •

Imprimé en Suisse

Acide phosphorique et phosphates de sodium à usage industriel (y compris les industries alimentaires) — Dosage du fluor — Méthode photométrique au complexone d'alizarine et nitrate de lanthane

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie une méthode photométrique au complexone d'alizarine et nitrate de lanthane pour le dosage du fluor dans l'acide phosphorique et les phosphates de sodium à usage industriel (y compris les industries alimentaires).

La méthode est applicable aux produits dont la teneur en fluor, exprimée en F, est égale ou supérieure à 0,5 mg/kg.

2 PRINCIPE

Séparation du fluor d'une prise d'essai, par distillation sous courant de vapeur d'eau en milieu acide phosphorique. Formation, à pH contrôlé, d'un complexe de coloration bleue entre le fluor et le réactif combiné complexone d'alizarine et nitrate de lanthane. Addition d'acétone pour augmenter la stabilité du complexe et la sensibilité de la méthode.

Mesurage photométrique du complexe coloré à une longueur d'onde aux environs de 600 nm.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 3360:1976
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5b45ffcc-bb6f-4249-4248-8324-5244308ebac2/iso-3360-1976

3 RÉACTIFS

Au cours de l'analyse, n'utiliser que des réactifs de qualité analytique reconnue, ne contenant que des traces de fluor, et que de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

3.1 Acide phosphorique, ρ 1,70 g/ml environ, solution à 85 % (*m/m*) environ.

3.2 Silice, en poudre, séchée à l'étuve, à 150 °C environ, durant 2 h.

3.3 Acétone.

3.4 Acide nitrique, solution 0,02 N environ.

3.5 Hydroxyde de sodium, solution 0,2 N environ.

3.6 Réactif colorimétrique combiné.

3.6.1 Solution tampon de pH 4,6.

Dissoudre 5,9 g d'acide succinique (butanedioïque) dans 300 ml environ d'eau et ajuster le pH à 4,6 par addition d'une solution d'hydroxyde de sodium 0,5 N, en contrôlant avec un pH-mètre. Diluer à 500 ml avec de l'eau.

3.6.2 Complexone d'alizarine, solution à 0,88 g/l.

Suspendre 0,44 g de complexone d'alizarine dans 200 ml environ d'eau et ajouter, par petites portions, une solution d'hydroxyde de sodium 0,5 N, jusqu'à dissolution complète. Ajouter ensuite 50 ml de la solution tampon (3.6.1). Contrôler le pH de la solution en utilisant un pH-mètre, et l'ajuster, si nécessaire, entre 4,5 et 4,8. Diluer à 500 ml et conserver la solution à une température comprise entre 0 et 50 °C.

NOTE — Cette solution a une équivalence légèrement supérieure à celle de la solution de nitrate de lanthane (3.6.3), de sorte que les ions trivalents du lanthane sont complètement complexés.

3.6.3 Nitrate de lanthane, solution à 0,86 g/l.

Dissoudre 0,43 g de nitrate de lanthane(III) hexahydraté [$La(NO_3)_3.6H_2O$] dans 500 ml d'eau.

3.6.4 Mélanger, au moment de l'emploi, des volumes égaux de la solution de complexone d'alizarine (3.6.2) et de la solution de nitrate de lanthane (3.6.3).

3.7 Fluor, solution étalon correspondant à 0,100 g de F par litre.

Peser, à 0,000 1 g près, 0,221 0 g de fluorure de sodium préalablement séché durant 2 h à 105 °C et refroidi en dessiccateur; les introduire dans un bécher de 250 ml contenant 100 ml environ d'eau. Après dissolution, transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 0,100 mg de F.

Conserver cette solution dans un flacon en plastique.

3.8 Fluor, solution étalon correspondant à 1,00 mg de F par litre.

Introduire 10,0 ml de la solution étalon de fluor (3.7) dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 1 μg de F.

Préparer cette solution au moment de l'emploi.

3.9 Phénolphtaléine, solution à 1 g/l dans l'éthanol à 95 % (*V/V*).

4 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et

4.1 Appareil à distiller, entièrement en verre, avec entraînement à la vapeur qui assure la distillation complète et le recueil total du fluor.

Un appareil convenable est représenté, à titre d'exemple, à la figure et est constituée par

4.1.1 Générateur de vapeur d'eau, par exemple ballon à col large, de capacité 3 000 ml environ, muni d'un bouchon où sont insérés trois tubes en verre [4.1.1 a), b) et c)], de diamètre intérieur 6 mm environ :

a) **tube à dégagement,** à double coude, pour introduire la vapeur dans le ballon à distiller (4.1.2.1) (une extrémité doit plonger dans le ballon à distiller);

b) **tube pour le réglage du débit de la vapeur,** muni à son extrémité externe d'un tube en caoutchouc, garni d'une pince à vis (à lames parallèles);

c) **tube de sûreté,** de hauteur 1 m environ.

4.1.2 Appareil en verre au borosilicate, à joints rodés, pour distillation sous courant de vapeur d'eau, composé de

4.1.2.1 Ballon à distiller, de capacité 250 ml environ, fond rond, col central et col latéral oblique, muni d'une gaine interne pour le logement d'un thermomètre (de la glycérine introduite dans la gaine assure les échanges thermiques).

4.1.2.2 Colonne de Vigreux, avec une longueur entre la première et la dernière série de pointes de 120 mm.

4.1.2.3 Réfrigérant à serpentin de Graham, de longueur utile 400 mm environ.

4.1.3 Thermomètre, dont l'échelle comprend l'intervalle de 0 à 200 °C.

NOTE — L'efficacité de l'appareillage utilisé doit être au préalable contrôlée, en utilisant des volumes exactement mesurés de la solution étalon de fluor (3.7).

Il est nécessaire, lors de l'utilisation d'un appareil (ou d'un élément d'appareil) neuf et, en particulier, lorsqu'on doit doser de faibles quantités de fluor, d'effectuer environ douze distillations avec des échantillons fluorés pour donner à la surface du verre un état d'équilibre vis-à-vis du fluor. Par exemple, ces distillations peuvent être faites avec 30 ml de l'acide phosphorique (3.1), 0,75 g de la silice (3.2) et 1 g d'une fluoroapatite naturelle (phosphate du Maroc).

Avant l'utilisation de l'appareil ainsi traité pour une analyse, s'assurer, à l'aide de deux distillations à blanc successives, du bon état de l'ensemble; la quantité de fluor trouvée ne doit pas être supérieure à celle d'un essai à blanc effectué dans les conditions normales, en utilisant un appareil reconnu comme étant en bonnes conditions.

4.2 Spectrophotomètre, ou

4.3 Électrophotomètre, muni de filtres permettant une transmission maximale aux environs de 600 nm.

5 MODE OPÉRATOIRE

5.1 Prise d'essai

Peser, à 1 % près, une masse de l'échantillon pour essai contenant au maximum 1 mg de F.

Dans le cas de l'acide phosphorique, cette masse ne doit pas dépasser 50 g.

NOTE — Si le produit a une teneur élevée en fluor (F) (supérieure à 1 g/kg), préparer, en partant d'une prise d'essai convenable, une dilution appropriée et prélever de celle-ci une partie aliquote contenant au maximum 1 mg de F.

5.2 Essai à blanc

Effectuer, parallèlement au dosage et en suivant le même mode opératoire, un essai à blanc en employant les mêmes quantités de tous les réactifs que celles utilisées pour le dosage et en prélevant, pour le développement de la coloration, une partie aliquote correspondant à celle de la solution d'essai.

5.3 Distillation du fluor

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 3360:1976
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5b458ecb-6149-42d8-9334-5244308cbac2/iso-3360-1976

Placer, dans une fiole jaugée de 500 ml pour recueillir le distillat, 40 ml environ d'eau et 10 ml de la solution d'hydroxyde de sodium (3.5).

Introduire la prise d'essai (5.1) dans le ballon à distiller (4.1.2.1). Ajouter 0,75 g environ de la silice (3.2) et soit 30 ml de la solution d'acide phosphorique (3.1) dans le cas d'un phosphate, soit, si le produit à analyser est de l'acide phosphorique, un volume d'acide phosphorique (3.1) tel que la quantité totale d'acide phosphorique présente soit égale à 45 g d'acide orthophosphorique (H_3PO_4).

Rincer avec 5 ml environ d'eau la paroi intérieure du ballon à distiller (4.1.2.1). Introduire quelques millilitres de glycérine dans la gaine du ballon à distiller, placer le thermomètre (4.1.3), assembler l'appareil (4.1) et faire circuler l'eau dans le réfrigérant (4.1.2.3). Chauffer le ballon générateur de vapeur d'eau (4.1.1) si l'on utilise l'appareil décrit, et le ballon à distiller (4.1.2.1).

Faire passer la vapeur d'eau dans le ballon à distiller (4.1.2.1) seulement lorsque la température de la solution qu'il contient atteint 138 à 139 °C, c'est-à-dire lorsque la distillation commence. Maintenir la température de la solution pendant la distillation à 139 ± 3 °C.

Distiller 400 ml environ en recueillant le distillat dans la fiole jaugée, compléter au volume et homogénéiser.

NOTE — Il a été vérifié que l'aluminium, qui peut complexer le fluor, n'interfère pas si la prise d'essai n'en contient pas plus de 0,5 g.

5.4 Établissement de la courbe d'étalonnage

5.4.1 *Préparation des solutions témoins,* se rapportant à des mesurages photométriques effectués en cuves de 4 ou 5 cm de parcours optique.

Dans une série de cinq fioles jaugées de 50 ml, introduire les volumes de la solution étalon de fluor (3.8) indiqués dans le tableau suivant :

Solution étalon de fluor (3.8)	Masse correspondante de F
ml	µg
0*	0
5,0	5,0
10,0	10,0
15,0	15,0
20,0	20,0

* Solution de compensation.

Ajouter, dans chaque fiole, la quantité d'eau nécessaire pour porter le volume à 20 ml et, ensuite, 0,1 ml de la solution de phénolphtaléine (3.9). Amener la solution à coloration rose par addition de la solution d'hydroxyde de sodium (3.5) et revenir à la décoloration par addition de la solution d'acide nitrique (3.4). Ajouter 5 ml de la solution tampon (3.6.1), 10 ml du réactif colorimétrique combiné (3.6) et 10 ml de l'acétone (3.3), compléter au volume et homogénéiser.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 3360:1976
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5b458eeb-6149-42d8-9334-5244308cbac2/iso-3360-1976

5.4.2 *Mesures photométriques*

Après avoir laissé reposer les solutions (5.4.1) durant 20 min, effectuer les mesurages photométriques au moyen du spectrophotomètre (4.2) réglé à une longueur d'onde aux environs de 600 nm, ou au moyen de l'électrophotomètre (4.3) muni des filtres appropriés, après avoir ajusté l'appareil au zéro d'absorbance par rapport à la solution de compensation.

5.4.3 *Tracé de la courbe*

Tracer un graphique en portant, par exemple, sur l'axe des abscisses, les masses, exprimées en microgrammes, de F contenues dans 50 ml de solution témoin et, sur l'axe des ordonnées, les valeurs correspondantes des absorbances.

5.5 Dosage

5.5.1 *Développement de la coloration*

Introduire, dans une fiole jaugée de 50 ml, un volume de la solution obtenue en 5.3 tel qu'il contienne au maximum 20 µg de F, sans cependant être supérieur à 20 ml. Ajouter, s'il y a lieu, la quantité d'eau nécessaire pour porter le volume à 20 ml et, ensuite, 0,1 ml de la solution de phénolphtaléine (3.9). Décolorer la solution par addition de la solution d'acide nitrique (3.4). Ajouter 5 ml de la solution tampon (3.6.1), 10 ml du réactif colorimétrique combiné (3.6) et 10 ml de l'acétone (3.3), compléter au volume et homogénéiser.

5.5.2 *Mesure photométrique*

Effectuer le mesurage photométrique de la solution d'essai selon les modalités spécifiées en 5.4.2, après avoir ajusté l'appareil au zéro d'absorbance par rapport à la solution de compensation.

6 EXPRESSION DES RÉSULTATS

Au moyen de la courbe d'étalonnage (5.4.3), déterminer les masses de F correspondant aux valeurs des mesures photométriques de la solution d'essai (5.5.2) et de la solution de l'essai à blanc (5.2).

La teneur en fluor (F), exprimée en milligrammes par kilogramme, est donnée par la formule

$$\frac{m_1 - m_2}{m_0} \times \frac{500}{V}$$

où

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai (5.1);

m_1 est la masse, en microgrammes, de fluor (F) trouvée dans la partie aliquote de la solution d'essai prélevée pour le développement de la coloration;

m_2 est la masse, en microgrammes, de fluor (F) trouvée dans la partie aliquote de la solution de l'essai à blanc prélevée pour le développement de la coloration;

V est le volume, en millilitres, de la partie aliquote de la solution d'essai et de celle de l'essai à blanc prélevée pour le développement de la coloration.

7 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

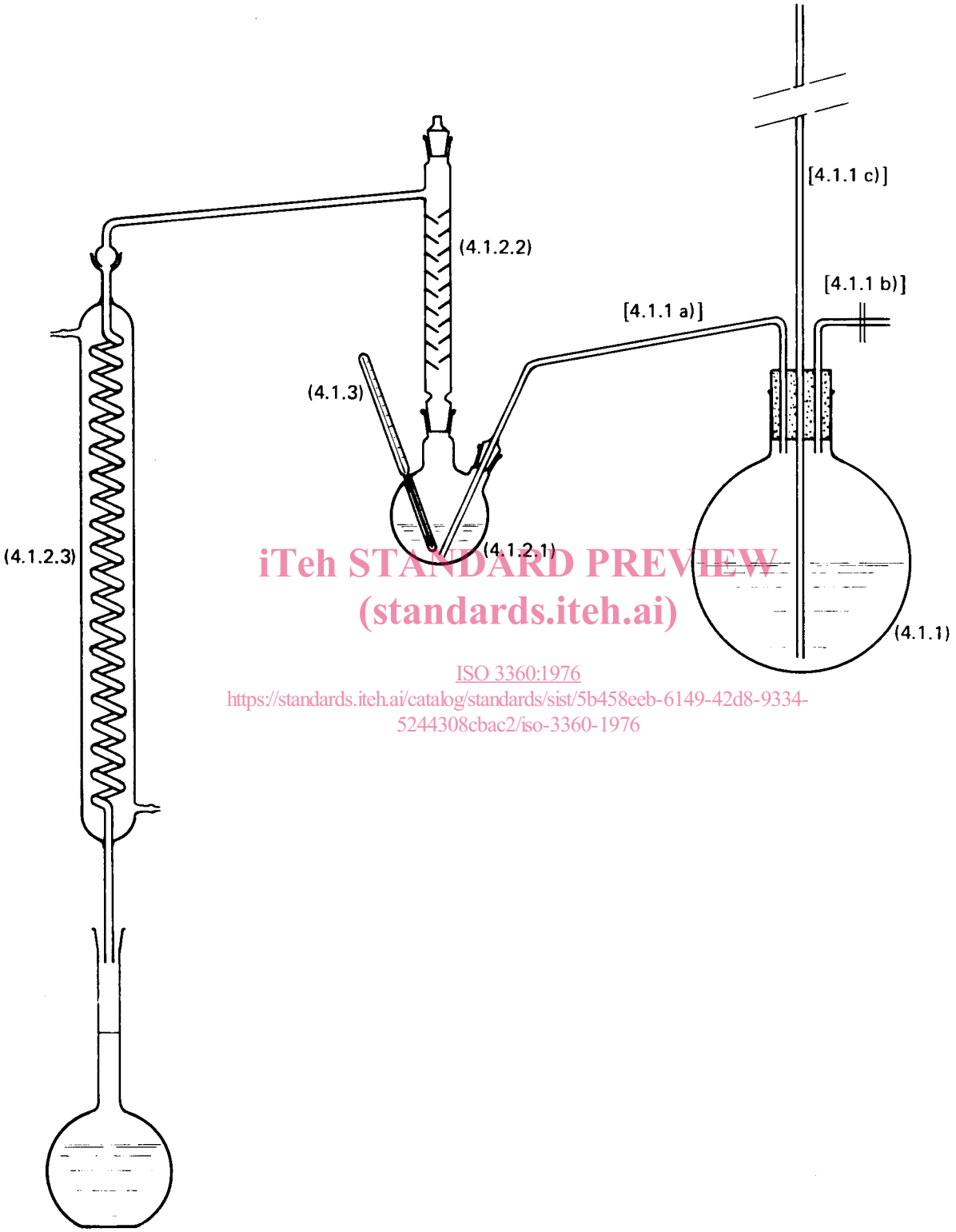
Le procès-verbal d'essai doit contenir les indications suivantes :

a) référence de la méthode utilisée;

b) résultats, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;

c) compte rendu de tous détails particuliers éventuels relevés au cours de l'essai;

d) compte rendu de toutes opérations non prévues dans la présente Norme Internationale, ou de toutes opérations facultatives.



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 3360:1976
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5b458eeb-6149-42d8-9334-5244308cbac2/iso-3360-1976

FIGURE — **Appareil à distiller (4.1)**

ANNEXE

PUBLICATIONS ISO RELATIVES À L'ACIDE PHOSPHORIQUE ET AUX PHOSPHATES DE SODIUM, À USAGE INDUSTRIEL

ACIDE PHOSPHORIQUE

ISO 847 — Dosage des sulfates — Méthode titrimétrique.

ISO 848 — Dosage du calcium — Méthode titrimétrique.

ISO 849 — Dosage du fer — Méthode photométrique au bipyridyle-2,2'.

ISO 2997 — Dosage des sulfates — Méthode par réduction et titrimétrie.

ISO 3359 — Dosage de l'arsenic — Méthode photométrique au diéthyldithiocarbamate d'argent.

ISO 3360 — Dosage du fluor — Méthode photométrique au complexone d'alizarine et nitrate de lanthane.*

ISO 3361 — Dosage de la silice soluble — Méthode spectrophotométrique au molybdosilicate réduit.

ISO 3706 — Dosage de l'oxyde de phosphore(V) total — Méthode gravimétrique au phosphomolybdate de quinoléine.*

ISO 3707 — Dosage du calcium — Méthode par absorption atomique dans la flamme.*

ISO 3708 — Dosage des chlorures — Méthode potentiométrique.*

ISO 3709 — Dosage des oxydes d'azote — Méthode spectrophotométrique au xylénol-3,4.*

ISO 4285 — Technique de l'échantillonnage.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 3360:1976
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5b458eeb-6149-42d8-9334-

PHOSPHATES DE SODIUM

ISO 3360 — Dosage du fluor — Méthode photométrique au complexone d'alizarine et nitrate de lanthane.**

---

* Applicable également à l'acide phosphorique pour les industries alimentaires.

** Applicable également aux phosphates de sodium pour les industries alimentaires.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3360:1976
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5b458eeb-6149-42d8-9334-5244308cbac2/iso-3360-1976