



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

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

get full document from standards.iteh.ai

CDU 661.634/.635 : 546.16 : 543.42

Réf. n° : 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.

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

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.

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.

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 $[\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ 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 Phénolphthaléine, solution à 1 g/l dans l'éthanol à 95 % (V/V).