

éditée par l'association française de normalisation (afnor) — tour europe cédex 7 92080 paris la défense — tél. (1) 778-13-26

<p>NORME FRANÇAISE ENREGISTRÉE</p>	<p><b>PHOSPHATES CONDENSÉS À USAGE INDUSTRIEL</b> (y compris les industries alimentaires) <b>DOSAGE DU CALCIUM</b> Méthode par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme</p>	<p><b>NF</b> <b>T 20-500</b> Décembre 1982 <b>ISO 5373</b></p>
<p><b>AVANT-PROPOS</b></p> <p><i>La présente norme reprend la norme internationale ISO 5373 adoptée par l'Organisation internationale de normalisation (ISO) et publiée en 1981.</i></p>		
<p>Enregistrée par décision du 1982-11-15 pour prendre effet le 1982-12-15</p>		<p>© afnor 1982 Droits de reproduction et de traduction réservés pour tous pays</p>

## 1 Objet

La présente Norme internationale spécifie une méthode par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme, pour le dosage du calcium 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 calcium est supérieure ou égale à 50 mg/kg.

La présence de silice ( $\text{SiO}_2$ ) soluble jusqu'à 5  $\mu\text{g}/\text{ml}$  de solution d'essai n'interfère pas.

## 3 Principe

Hydrolyse préalable par ébullition d'une prise d'essai en présence d'acide chlorhydrique. Addition d'ions sodium jusqu'à l'obtention d'une concentration constante pour stabiliser l'exaltation de l'émission due au calcium, et de chlorure de lanthane pour accroître la sensibilité de la méthode. Nébulisation de la solution au sein d'une flamme acétylène-monoxyle de diazote, et dosage du calcium par mesurage spectrométrique de l'absorption de la raie 422,7 nm, émise par une lampe à cathode creuse au calcium.

## 4 Réactifs

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau bidistillée dans un appareil en verre borosilicaté à joints rodés, ou de l'eau de pureté équivalente.

**4.1 Chlorure de lanthane heptahydraté** ( $\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ), solution à 100 g/l.

**4.2 Acide chlorhydrique**, solution contenant 220 g environ de HCl par litre.

**4.3 Acide phosphorique**, exempt de calcium, solution à 40 g/l, correspondant à 29 g de  $\text{P}_2\text{O}_5$  par litre.

Peser, à 0,1 g près, 29 g de pentoxyde de diphosphore [oxyde de phosphore(V) —  $\text{P}_2\text{O}_5$ ] et les étaler en couche mince dans une capsule appropriée. Placer la capsule dans un récipient fermé contenant de l'eau (par exemple un dessiccateur contenant l'eau à la place de l'agent déshydratant) afin d'hydrater le

produit. Dissoudre ensuite l'oxyde de phosphore(V) hydraté dans 1 000 ml d'eau.

NOTE — Si une qualité d'acide orthophosphorique contenant moins de 5 mg de Ca par kilogramme est disponible dans le commerce, elle peut être utilisée à la place du pentoxyde de diphosphore pour préparer cette solution en diluant 44 g de solution à 90 % de  $\text{H}_3\text{PO}_4$  ( $\rho$  1,75 g/ml environ), ou son équivalent, à 1 000 ml avec de l'eau.

**4.4 Chlorure de sodium**, solution à 255 g/l.

1 ml de cette solution contient 100 mg environ de  $\text{Na}^+$ .

**4.5 Calcium**, solution étalon correspondant à 1,000 g de  $\text{Ca}^{2+}$  par litre.

Peser, à 0,000 1 g près, 2,497 2 g de carbonate de calcium préalablement séché durant 2 h à 250 °C environ et refroidi en dessiccateur. Les introduire dans un bécher de capacité appropriée (par exemple 600 ml) et les dissoudre avec précaution dans 30 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.2). Diluer la solution et la transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 1,000 mg de  $\text{Ca}^{2+}$ .

Conserver cette solution dans un flacon en matière exempte de calcium.

**4.6 Calcium**, solution étalon correspondant à 0,050 g de  $\text{Ca}^{2+}$  par litre.

Prélever 50,0 ml de la solution étalon de calcium (4.5), les introduire dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 50  $\mu\text{g}$  de  $\text{Ca}^{2+}$ .

Préparer cette solution au moment de l'emploi.

## 5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, en matière exempte de calcium, et

**5.1 Spectromètre d'absorption atomique**, muni d'un brûleur apte à être alimenté par de l'acétylène et du monoxyle de diazote.

**5.2 Lampe à cathode creuse au calcium.**