

NORME FRANÇAISE
ENREGISTRÉE

HYDROXYDE DE SODIUM A USAGE
INDUSTRIEL

DOSAGES DU CALCIUM
ET DU MAGNÉSIUM

Méthode par absorption atomique dans la flamme

NF

T 20-432

Novembre 1976

AVANT-PROPOS

A sa date d'enregistrement, la présente norme reproduit la norme internationale ISO 3697 — première édition — décembre 1976.

*Le document mentionné au chapitre 2 « RÉFÉRENCES » fait l'objet de la norme française **NF T 20-421**.*

Enregistrée
par décision
du 76-11-22

© AFNOR 1976
Droits de reproduction
et de traduction réservés
pour tous pays.

Hydroxyde de sodium à usage industriel — Dosages du calcium et du magnésium — Méthode par absorption atomique dans la flamme

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie une méthode par absorption atomique dans la flamme, pour les dosages du calcium et du magnésium dans l'hydroxyde de sodium à usage industriel.

La méthode est applicable aux produits dont les teneurs en Ca et Mg sont supérieures respectivement à :

- 2,5 mg/kg et 0,5 mg/kg, si l'on utilise une flamme acétylène-air ;
- 0,6 mg/kg et 1,0 mg/kg, si l'on utilise une flamme acétylène-monoxyde de diazote.

2 RÉFÉRENCES

ISO 3195, *Hydroxyde de sodium à usage industriel - Prélèvement — Échantillon pour essai - Préparation de la solution principale pour l'exécution de certains dosages.*

3 PRINCIPE

Acidification d'une prise d'essai par l'acide chlorhydrique.

Pulvérisation de la solution au sein d'une flamme acétylène-monoxyde de diazote ou acétylène-air, après addition, dans ce dernier cas, d'ions lanthane pour supprimer certaines interférences.

Mesurage de l'absorption des raies 422,7 nm et 285,2 nm émises par des lampes à cathode creuse au calcium et au magnésium.

4 RÉACTIFS

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

4.1 Acide chlorhydrique, ρ 1,19 g/ml environ, solution à 38 % (m/m) ou 12N environ.

4.2 Chlorure de lanthane, solution correspondant à 5 g de lanthane par litre.

NOTE - Cette solution est inutile lorsqu'on utilise la flamme acétylène-monoxyde de diazote

Préparer, en variante, l'une des solutions suivantes :

4.2.1 Dissoudre 5,9 g d'oxyde de lanthane (La_2O_3) dans 15 ml d'eau et 15 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.1). Diluer à 1 000 ml dans une fiole jaugée avec de l'eau et homogénéiser.

4.2.2 Dissoudre 13,4 g de chlorure de lanthane heptahydraté ($\text{LaCl}_3 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$) dans de l'eau, diluer à 1 000 ml dans une fiole jaugée et homogénéiser.

Cette solution (4.2.1 ou 4.2.2) doit satisfaire à l'essai suivant : 20,0 ml de solution, dilués à 100 ml dans une fiole jaugée, ne doivent pas donner des absorbances des raies du calcium et du magnésium supérieures à celles qui sont obtenues avec une solution aqueuse étalon contenant 3 μg de Ca et 1 μg de Mg dans 100 ml, en opérant selon 6.2.2 et 6.2.3.

Calculer, en outre, les quantités de Ca et de Mg correspondant aux absorbances mesurées, afin d'en tenir compte lors du contrôle de la pureté de l'hydroxyde de sodium (4.3).

4.3 Hydroxyde de sodium

Ce produit, qui est utilisé dans la préparation de la solution de chlorure de sodium (4.4) doit avoir, de préférence, des teneurs en Ca et Mg ne dépassant pas respectivement 2,5 et 0,5 mg/kg. Contrôler ces teneurs comme suit :

Porter sur les courbes d'étalonnage (6.2.2 et 6.2.3) les absorbances obtenues avec la solution témoin numéro zéro (6.2.1). Les valeurs en Ca et en Mg correspondant à ces absorbances ne doivent pas dépasser respectivement 2,5 μg de Ca et 0,5 μg de Mg, augmentées des quantités de Ca et de Mg trouvées lors du contrôle de la solution de chlorure de lanthane (4.2), si l'on a utilisé cette dernière solution.

4.4 Chlorure de sodium, solution acide à 58,5 g/l

Introduire 20,0 g d'hydroxyde de sodium (4.3) dans un bécher en polyéthylène de 600 ml. Dissoudre dans 100 ml d'eau en refroidissant, puis acidifier en ajoutant prudemment, tout en agitant, 80 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.1). Transvaser quantitativement dans une fiole conique de 500 ml, faire bouillir durant 5 min, refroidir, transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 500 ml, compléter au volume et homogénéiser.

NOTE - Si l'on dispose de chlorure de sodium très pur, on peut également préparer la solution (4.4) comme suit :

Introduire 29 g de chlorure de sodium dans une fiole conique de 500 ml. Ajouter 250 ml d'eau et 40 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.1). Faire bouillir durant 5 min, refroidir, transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 500 ml, compléter au volume et homogénéiser.