

NORME FRANÇAISE ENREGISTRÉE	ACIDE PHOSPHORIQUE À USAGE INDUSTRIEL (Y COMPRIS LES INDUSTRIES ALIMENTAIRES) DOSAGE DU CALCIUM Méthode par absorption atomique dans la flamme	NF T 20-480 Novembre 1979
<p>AVANT-PROPOS</p> <p><i>À sa date d'enregistrement, la présente norme reproduit la norme internationale ISO 3707 — Première édition — décembre 1976.</i></p> <p>1 OBJET</p> <p>La présente norme spécifie une méthode par absorption atomique dans la flamme pour le dosage du calcium dans l'acide phosphorique à usage industriel (y compris les industries alimentaires).</p> <p>2 DOMAINE D'APPLICATION</p> <p>La méthode est applicable aux produits dont la teneur en calcium est supérieure à 50 mg kg, mais, en exécutant une courbe d'étalonnage appropriée, on peut étendre le domaine d'application jusqu'à 10 mg kg.</p> <p>La présence de SiO₂ soluble jusqu'à 5 µg ml de solution d'essai n'interfère pas.</p> <p>2.1 CAS PARTICULIER</p> <p>Présence de SiO₂ soluble en quantité supérieure à 5 µg ml de solution d'essai (en cours d'étude).</p> <p>3 PRINCIPE</p> <p>Ajout, à une solution chlorhydrique de la prise d'essai, d'ions sodium pour exalter et stabiliser l'émission due au calcium, et de chlorure de lanthane pour supprimer l'interférence de l'aluminium. Pulvérisation de la solution au sein d'une flamme acétylène-monoxycide de diazote, et dosage du calcium par mesurage photométrique de l'absorption de la raie 422,7 nm, émise par une lampe à cathode creuse au calcium.</p>		
Enregistrée par décision du 1979-10-15 pour prendre effet le 1979-11-01		© AFNOR 1979 Droits de reproduction et de traduction réservés pour tous pays

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 phosphorique**, exempt de calcium, solution à 40 g/l.

Peser, à 0,1 g près, 29 g d'oxyde de phosphore (V) (P_2O_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 du dessiccatif) afin d'hydrater le produit. Dissoudre ensuite l'oxyde de phosphore (V) hydraté dans 1 000 ml d'eau.

4.2 **Acide chlorhydrique**, solution 6 N environ.

4.3 **Chlorure de sodium et chlorure de lanthane**, solution mixte.

Dissoudre 25,5 g de chlorure de sodium et 10 g de chlorure de lanthane heptahydraté ($LaCl_3 \cdot 7H_2O$) dans de l'eau et compléter le volume à 100 ml.

1 ml de cette solution contient 100 mg environ de Na et 100 mg environ de chlorure de lanthane heptahydraté.

4.4 **Calcium**, solution étalon correspondant à 1,000 g de Ca 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 et refroidi en dessiccateur. Les introduire dans un bécher de capacité convenable (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 Ca.

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

4.5 **Calcium**, solution étalon correspondant à 0,050 g de Ca par litre.

Prélever 50,0 ml de la solution étalon de calcium (4.4), les introduire dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 50 μg de Ca.

Préparer cette solution au moment de l'emploi.

5 APPAREILLAGE

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

5.1 **Spectrophotomètre d'absorption atomique**, muni d'un brûleur alimenté par de l'acétylène et du monoxyde de diazote.

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

6 MODE OPÉATOIRE

6.1 **PRISE D'ESSAI**

Peser par différence, à 0,001 g près, 5 g environ de l'échantillon pour essai.