
Norme internationale



5373

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

Phosphates condensés à usage industriel (y compris les industries alimentaires) — Dosage du calcium — Méthode par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme

Condensed phosphates for industrial use (including foodstuffs) — Determination of calcium content — Flame atomic absorption spectrometric method

Première édition — 1981-11-15 (standards.iteh.ai)

[ISO 5373:1981](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/18dbd718-c8ad-49a1-be4d-5d395193579f/iso-5373-1981)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/18dbd718-c8ad-49a1-be4d-5d395193579f/iso-5373-1981>

CDU 661.635 : 543.422 : 546.41

Réf. n° : ISO 5373-1981 (F)

Descripteurs : phosphate, industrie alimentaire, additif alimentaire, analyse chimique, dosage, calcium, méthode spectroscopique d'absorption atomique.

Prix basé sur 4 pages

Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est confiée aux comités techniques de l'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 5373 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 47, *Chimie*, et a été soumise aux comités membres en juillet 1980.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

[ISO 5373:1981](#)

Afrique du Sud, Rép. d'	Corée, Rép. de	Philippines
Allemagne, R. F.	Égypte, Rép. arabe d'	Pologne
Australie	France	Portugal
Autriche	Hongrie	Roumanie
Belgique	Inde	Royaume-Uni
Brésil	Italie	Tchécoslovaquie
Chine	Pays-Bas	URSS

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

Cette Norme internationale a également été approuvée par l'Union internationale de chimie pure et appliquée (UICPA).

Phosphates condensés à usage industriel (y compris les industries alimentaires) — Dosage du calcium — Méthode par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme

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 (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 P_2O_5 par litre.

Peser, à 0,1 g près, 29 g de pentoxyde de diphosphore [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 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 H_3PO_4 (ρ 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 Na^+ .

4.5 Calcium, solution étalon correspondant à 1,000 g de 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 béccher 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 Ca^{2+} .

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

4.6 Calcium, solution étalon correspondant à 0,050 g de 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 μg de 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.

6 Mode opératoire

AVERTISSEMENT — L'emploi de la flamme acétylène-monoxyle de diazote peut présenter des dangers. Manipuler les gaz avec les précautions nécessaires et faire fonctionner l'appareil sous une hotte efficacement ventilée.

6.1 Prise d'essai

Peser, à 0,000 2 g près, 5 g environ de l'échantillon pour essai.

6.2 Établissement de la courbe d'étalonnage

6.2.1 Préparation des solutions témoins

Dans une série de cinq fioles jaugées de 100 ml, introduire une quantité de la solution d'acide phosphorique (4.3) telle que sa concentration soit la même que celle de la solution d'essai (6.3.1) (voir, à titre d'exemple, l'annexe A).

Ajouter 5 ml de la solution de chlorure de sodium (4.4) et 5 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.2), puis, respectivement, les volumes de la solution étalon de calcium (4.6) indiqués dans le tableau 1.

Tableau 1

Solution étalon de calcium (4.6)	Masse correspondante de Ca
ml	µg
0*	0
1,0	50
2,0	100
4,0	200
6,0	300

* Essai à blanc des réactifs pour l'étalonnage.

Ajouter, dans chaque fiole, 1 ml de la solution de chlorure de lanthane (4.1), compléter au volume le contenu de chaque fiole et homogénéiser.

NOTE — La quantité totale de calcium contenue dans les réactifs utilisés pour la préparation des solutions témoins [à l'exception de la solution étalon de calcium (4.6)] doit être inférieure à 50 µg.

6.2.2 Réglage de l'appareil

Équiper l'appareil (5.1) de la lampe à cathode creuse au calcium (5.2), le mettre sous tension et le laisser se stabiliser. Ajuster le

courant d'alimentation de la lampe, ainsi que la sensibilité et la fente, suivant les caractéristiques de l'appareil. Régler la longueur d'onde aux environs de 422,7 nm de façon à obtenir le maximum d'absorption. Régler la pression de l'acétylène d'une part et du monoxyle de diazote d'autre part, suivant les caractéristiques du nébuliseur/brûleur. Régler la vitesse d'aspiration entre 2 et 4 ml/min.

6.2.3 Mesurages spectrométriques

Nébuliser successivement les solutions témoins (6.2.1) au sein de la flamme et mesurer l'absorbance de chacune d'elles. Avoir soin de maintenir constant le débit de solution nébulisée pendant toute la durée de l'exécution de la courbe d'étalonnage. Faire passer de l'eau à travers le brûleur après chaque mesurage.

6.2.4 Tracé de la courbe

Tracer un graphique en portant, par exemple, sur l'axe des abscisses, les masses, exprimées en microgrammes, de Ca²⁺ contenues dans 100 ml de solution témoin et, sur l'axe des ordonnées, les valeurs correspondantes des absorbances mesurées, diminuées de la valeur mesurée sur la solution de l'essai à blanc des réactifs pour l'étalonnage (6.2.1 — terme zéro).

6.3 Dosage

6.3.1 Préparation de la solution d'essai

Introduire la prise d'essai (6.1) dans un béccher de capacité appropriée (par exemple 600 ml) et la dissoudre dans 250 ml d'eau et 25 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.2). Couvrir le béccher d'un verre de montre et faire bouillir durant 20 min. Refroidir la solution et la transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 500 ml. Ajouter 5 ml de la solution de chlorure de lanthane (4.1) et le volume de la solution de chlorure de sodium (4.4) nécessaire pour atteindre, dans la solution finale, une concentration en sodium de 5 mg/ml environ, y compris le sodium contenu dans la prise d'essai (6.1) (voir, à titre d'exemple, l'annexe A qui se rapporte aux produits purs). Compléter au volume et homogénéiser.

Si la teneur en calcium est comprise entre 50 et 200 mg/kg, exécuter les mesurages directement sur la solution d'essai ainsi obtenue.

Si la teneur en calcium est supérieure, procéder à des dilutions ultérieures comme indiqué dans le tableau 2.

Tableau 2

Teneur présumée en Ca	Partie aliquote de la solution d'essai (6.3.1) à prélever	Solution d'acide chlorhydrique (4.2) à ajouter	Solution de chlorure de sodium (4.4) à ajouter	Solution de chlorure de lanthane (4.1) à ajouter	Volume final de la solution
mg/kg	ml	ml	ml	ml	ml
200 à 500	50	2,50	2,50	0,50	100
500 à 1 000	25	3,75	3,75	0,75	100
1 000 à 1 500	20	4,00	4,00	0,80	100
1 500 à 2 000	10	4,50	4,50	0,90	100

6.3.2 Mesurages spectrométriques

6.3.2.1 Mesurage préliminaire

Effectuer un mesurage préliminaire sur la solution d'essai (6.3.1) suivant les modalités spécifiées en 6.2.3, en même temps que l'on effectue les mesurages spectrométriques sur les solutions témoins (6.2.1).

Calculer, à partir de la courbe d'étalonnage (6.2.4), la concentration approximative en Ca^{2+} dans 100 ml de la solution d'essai (6.3.1).

6.3.2.2 Mesurage par encadrement

Effectuer un deuxième mesurage sur la solution d'essai (6.3.1) suivant les modalités spécifiées en 6.2.3, par encadrement entre deux solutions témoins de composition semblable à celle des solutions témoins (6.2.1), mais dont les concentrations en Ca^{2+} ne diffèrent entre elles que de 25 $\mu\text{g}/100\text{ ml}$.

Pour la préparation de ces solutions témoins, suivre les modalités spécifiées en 6.2.1, en utilisant toutefois des quantités appropriées de la solution étalon de calcium (4.6).

c_2 est la concentration, en microgrammes par 100 ml, de la solution témoin de concentration supérieure utilisée pour le mesurage par encadrement (6.3.2.2);

A_2 est la valeur de l'absorbance correspondante;

A_0 est la valeur de l'absorbance correspondant à la solution d'essai (6.3.1).

7.2 Teneur de l'échantillon

La teneur en calcium (Ca), exprimée en milligrammes par kilogramme, est donnée par la formule

$$\frac{c}{m} \times \frac{500}{100} \times r_D$$

$$= \frac{c}{m} \times 5 \times r_D$$

où

c est la concentration en calcium, exprimée en microgrammes de Ca^{2+} par 100 ml de la solution d'essai;

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai (6.1);

r_D est le rapport de dilution (voir tableau 2);

5 est le rapport du volume de la solution d'essai (6.3.1) au volume des solutions témoins (6.2.1).

7 Expression des résultats

7.1 Concentration de la solution d'essai

La concentration, c , en calcium, exprimée en microgrammes de Ca^{2+} par 100 ml de la solution d'essai, est donnée par la formule

$$c = c_1 + (c_2 - c_1) \frac{A_0 - A_1}{A_2 - A_1}$$

où

c_1 est la concentration, en microgrammes par 100 ml, de la solution témoin de concentration inférieure utilisée pour le mesurage par encadrement (6.3.2.2);

A_1 est la valeur de l'absorbance correspondante;

8 Procès-verbal d'essai

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

- identification de l'échantillon;
- référence de la méthode utilisée;
- résultats, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;
- compte rendu de tous détails particuliers éventuels relevés au cours de l'essai;
- compte rendu de toutes opérations non prévues dans la présente Norme internationale, ou de toutes opérations facultatives.

iteh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 5373:1981

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/18dbd718-c8ad-49a1-be4d-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/18dbd718-c8ad-49a1-be4d-5d395193579f/iso-5373-1981)

5d395193579f/iso-5373-1981

Annexe A

Exemples d'addition des solutions de chlorure de sodium (4.4) et d'acide phosphorique (4.3) (voir 6.2.1 et 6.3.1)

Produits	Formule	Pourcentage en masse de		Masse, en grammes, dans 5 g de prise d'essai (6.1), de		Volume, en millilitres, de la solution de chlorure de sodium (4.4) à ajouter à la solution d'essai (6.3.1)	Volume, en millilitres, de la solution d'acide phosphorique (4.3) à ajouter aux solutions témoins (6.2.1)
		P ₂ O ₅	Na	P ₂ O ₅	Na		
Triphosphate pentasodique	Na ₅ P ₃ O ₁₀	57,9	31,2	2,90	1,56	9,4	20,0
Diphosphate tétrasodique	Na ₄ P ₂ O ₇	53,4	34,6	2,67	1,73	7,7	18,4
Diphosphate dihydrogénéodisodique	Na ₂ H ₂ P ₂ O ₇	63,9	20,7	3,20	1,04	14,6	22,1
Métaphosphates de sodium	(NaPO ₃) _n	69,6	22,5	3,48	1,12	13,8	24,0

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 5373:1981

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/18dbd718-c8ad-49a1-be4d-5d591959791f/iso-5373-1981>

Annexe B

Publications ISO relatives aux phosphates condensés à usage industriel (y compris les industries alimentaires)

ISO 5372 — Dosage de l'arsenic — Méthode photométrique au diéthylthiocarbamate d'argent.

ISO 5373 — Dosage du calcium — Méthode par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme.

ISO 5374 — Dosage des chlorures — Méthode potentiométrique.

ISO 5375 — Dosage des oxydes d'azote — Méthode spectrophotométrique au xylénol-3,4.

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 5373:1981

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/18dbd718-c8ad-49a1-be4d-5d395193579f/iso-5373-1981>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 5373:1981

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/18dbd718-c8ad-49a1-be4d-5d395193579f/iso-5373-1981>