
NORME INTERNATIONALE



3707

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

Acide phosphorique à usage industriel (y compris les industries alimentaires) – Dosage du calcium – Méthode par absorption atomique dans la flamme

Phosphoric acid for industrial use (including foodstuffs) – Determination of calcium content – Flame atomic absorption method

Première édition – 1976-12-15

(standards.iteh.ai)

[ISO 3707:1976](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/648b780c-4d99-4c0b-b640-b74da161d17c/iso-3707-1976)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/648b780c-4d99-4c0b-b640-b74da161d17c/iso-3707-1976>

CDU 661.634 : 546.41 : 543.422

Réf. n° : ISO 3707-1976 (F)

Descripteurs : composé chimique, acide phosphorique, additif alimentaire, analyse chimique, dosage, calcium, méthode spectrophotométrique, méthode par photométrie de flamme, méthode spectroscopique d'absorption atomique.

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 3707 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 47, *Chimie*, et a été soumise aux Comités Membres en février 1975.

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

Afrique du Sud, Rép. d'	Hongrie	<u>ISO 3707:1976</u>
Allemagne	Israël	Roumanie
Autriche	Italie	Royaume-Uni
Belgique	Nouvelle-Zélande	Suisse
Brésil	Pays-Bas	Turquie
Espagne	Pologne	U.R.S.S.
France	Portugal	Yougoslavie

Aucun Comité Membre n'a désapprouvé le document.

Cette Norme Internationale a également été approuvée par l'Union Internationale de Chimie Pure et Appliquée (UICPA).

Acide phosphorique à usage industriel (y compris les industries alimentaires) – Dosage du calcium – Méthode par absorption atomique dans la flamme

1 OBJET

La présente Norme Internationale 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).

2 DOMAINE D'APPLICATION

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.

La présence de SiO_2 soluble jusqu'à 5 $\mu\text{g/ml}$ de solution d'essai n'interfère pas.

2.1 Cas particulier

Présence de SiO_2 soluble en quantité supérieure à 5 $\mu\text{g/ml}$ de solution d'essai (en cours d'étude).

3 PRINCIPE

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-monoxyle 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.

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 ($\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) 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 monoxyle de diazote.

5.2 Lampe à cathode creuse au calcium.

6 MODE OPÉRATOIRE

6.1 Prise d'essai

Peser par différence, à 0,001 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 (4.1) telle qu'elle contienne la même quantité de P₂O₅ que la prise d'essai (6.1). Ajouter 1 ml de la solution mixte (4.3) et 4 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.2), puis, respectivement, les volumes de la solution étalon de calcium (4.5) indiqués dans le tableau suivant :

Solution étalon de calcium (4.5)	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 de la courbe d'étalonnage.

Avoir soin de maintenir constant le débit de solution pulvérisée pendant toute la durée de l'exécution de la courbe d'étalonnage.

Faire passer de l'eau à travers le brûleur après chaque mesurage.

6.2.3 Tracé de la courbe

Tracer un graphique en portant, par exemple, sur l'axe des abscisses, les valeurs, exprimées en microgrammes, des masses de Ca contenues dans 100 ml de solution témoin et, sur l'axe des ordonnées, les valeurs correspondantes des absorbances mesurées, diminuées de la valeur obtenue pour le témoin zéro.

6.3 Dosage

6.3.1 Préparation de la solution d'essai

Introduire la prise d'essai (6.1) dans une fiole jaugée de 500 ml et diluer à 250 ml environ. Ajouter 20 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.2) et 5 ml de la solution mixte (4.3). 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 suivant :

Teneur présumée en Ca	Partie aliquote de la solution d'essai (6.3.1) à prélever	Solution mixte (4.3) à ajouter	Volume final de la solution
mg/kg	ml	ml	ml
200 à 500	50	0,50	100
500 à 1 000	25	0,75	100
1 000 à 1 500	20	0,80	100
1 500 à 2 000	10	0,90	100

6.3.2 Mesures spectrophotométriques

6.3.2.1 MESURAGE PRÉLIMINAIRE

Effectuer un mesurage préliminaire de la solution d'essai (6.3.1) suivant les modalités spécifiées en 6.2.2.2, en même temps que l'on effectue les mesurages spectrophotométriques des solutions témoins (6.2.1).

Calculer, à partir de la courbe d'étalonnage (6.2.3), la concentration approximative en Ca, en microgrammes par 100 ml, de la solution d'essai (6.3.1).

Compléter au volume le contenu de chaque fiole et homogénéiser.

NOTE — Si la solution d'essai contient moins de 50 µg de calcium (Ca) dans 100 ml, préparer une nouvelle solution étalon de calcium en diluant 10,0 ml de la solution étalon de calcium (4.5) à 100 ml. Utiliser cette solution étalon diluée pour préparer une courbe d'étalonnage couvrant l'intervalle de 0 à 50 µg de Ca dans 100 ml. Les mesurages par encadrement (voir 6.3.2.2) devront être effectués entre deux solutions étalons ne différant pas de plus de 5 µg de calcium dans 100 ml.

6.2.2 Mesures spectrophotométriques

6.2.2.1 RÉGLAGE DE L'APPAREIL ÉQUIPÉ DE LA LAMPE À CATHODE CREUSE AU CALCIUM (5.2)

Mettre préalablement l'appareil (5.1) sous tension durant le temps nécessaire à sa stabilisation. Régler la longueur d'onde aux environs de 422,7 nm, ainsi que la sensibilité et l'ouverture de la fente suivant les caractéristiques de l'appareil. Régler la pression de l'acétylène et du monoxyde de diazote, suivant les caractéristiques du brûleur. Régler la vitesse d'aspiration entre 2 et 4 ml/min.

6.2.2.2 MESURAGES

Pulvériser au sein de la flamme la série des solutions témoins (6.2.1) et mesurer l'absorbance de chacune d'elles.

6.3.2.2 MESURAGE PAR ENCADREMENT

Effectuer un deuxième mesurage de la solution d'essai (6.3.1), par encadrement entre deux solutions témoins ne différant que de 25 µg de Ca dans 100 ml.

Pour la préparation de ces solutions témoins, suivre les modalités spécifiées en 6.2.1, en utilisant toutefois des quantités convenables de la solution étalon de calcium (4.5).

7 EXPRESSION DES RÉSULTATS

La concentration C en calcium, exprimée en microgrammes de Ca 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 inférieure utilisée;

A_1 est la valeur de l'absorbance correspondante;

C_2 est la concentration, en microgrammes par 100 ml, de la solution témoin supérieure utilisée;

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).

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

$$\frac{C}{m} \times \frac{500}{100} \times D = \frac{C}{m} \times 5 \times D$$

où

C est la concentration en Ca, exprimée en microgrammes par 100 ml, de la solution d'essai;

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

D est le rapport de dilution (voir tableau en 6.3.1);

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

8 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

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

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

ANNEXE

PUBLICATIONS ISO RELATIVES À L'ACIDE PHOSPHORIQUE À USAGE INDUSTRIEL

- ISO 847 – Dosage des sulfates – Méthode titrimétrique.
- ISO 848 – Dosage du calcium – Méthode titrimétrique.
- ISO 849 – Dosage du fer – Méthode photométrique au bipyridyle-2,2'.
- ISO 2997 – Dosage des sulfates – Méthode par réduction et titrimétrie.
- ISO 3359 – Dosage de l'arsenic – Méthode photométrique au diéthylthiocarbamate d'argent.
- ISO 3360 – Dosage du fluor – Méthode photométrique au complexe d'alizarine et nitrate de lanthane.*
- ISO 3361 – Dosage de la silice soluble – Méthode spectrophotométrique au molybdosilicate réduit.
- ISO 3706 – Dosage de l'oxyde de phosphore(V) total – Méthode gravimétrique au phosphomolybdate de quinoléine.*
- ISO 3707 – Dosage du calcium – Méthode par absorption atomique dans la flamme.*
- ISO 3708 – Dosage des chlorures – Méthode potentiométrique.*
- ISO 3709 – Dosage des oxydes d'azote – Méthode spectrophotométrique au xylénol-3,4.*
- ISO 4285 – Technique de l'échantillonnage.

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 3707:1976](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/648b780c-4d99-4c0b-b640-b74da161d17c/iso-3707-1976)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/648b780c-4d99-4c0b-b640-b74da161d17c/iso-3707-1976>

* Applicable également à l'acide phosphorique pour les industries alimentaires.

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3707:1976

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/648b780c-4d99-4c0b-b640-b74da161d17c/iso-3707-1976>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3707:1976

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/648b780c-4d99-4c0b-b640-b74da161d17c/iso-3707-1976>