
NORME INTERNATIONALE 5372

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

Phosphates condensés à usage industriel (y compris les industries alimentaires) – Dosage de l'arsenic – Méthode photométrique au diethyldithiocarbamate d'argent

Condensed phosphates for industrial use (including foodstuffs) – Determination of arsenic content – Silver diethyldithiocarbamate photometric method.

Première édition – 1978-08-15

standards.iteh.ai

[ISO 5372:1978](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f7659349-908a-4a12-9040-9e89a8da6e51/iso-5372-1978)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f7659349-908a-4a12-9040-9e89a8da6e51/iso-5372-1978>



CDU 661.632 : 546.19 : 543.42

Réf. n° : ISO 5372-1978 (F)

Descripteurs : phosphate, analyse chimique, dosage, arsenic, méthode spectrophotométrique, industrie alimentaire.

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 5372 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 47, *Chimie*, et a été soumise aux comités membres en février 1977.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

Afrique du Sud, Rép. d'	France	Portugal
Allemagne	Hongrie	Roumanie
Australie	Inde	Royaume-Uni
Belgique	Israël	Suisse
Brésil	Italie	Tchécoslovaquie
Bulgarie	Mexique	Turquie
Corée, Rép. de	Pologne	U.R.S.S.

Le comité membre du pays suivant l'a désapprouvée pour des raisons techniques :

Pays-Bas

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

Phosphates condensés à usage industriel (y compris les industries alimentaires) – Dosage de l'arsenic – Méthode photométrique au diéthylthiocarbamate d'argent

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme internationale spécifie une méthode photométrique au diéthylthiocarbamate d'argent pour le dosage de l'arsenic dans les phosphates condensés à usage industriel (y compris les industries alimentaires).

La méthode est applicable aux produits dont la teneur en arsenic (As) est égale ou supérieure à 0,2 mg/kg.

2 RÉFÉRENCE

ISO 2590, *Méthode générale de dosage de l'arsenic – Méthode photométrique au diéthylthiocarbamate d'argent.*

3 PRINCIPE

Mise en solution d'une prise d'essai, acidification par une solution d'acide chlorhydrique, oxydation par une solution de bromure-bromate de potassium et hydrolyse successive. Dosage de l'arsenic selon la méthode générale (voir ISO 2590, chapitre 3).

4 RÉACTIFS

Réactifs spécifiés dans l'ISO 2590, chapitre 4, et

4.9 Bromure-bromate de potassium, solution 2 N environ.

Dissoudre 20 g de bromure de potassium (KBr) et 5,20 g de bromate de potassium (KBrO_3) dans de l'eau. Transvaser quantitativement la solution obtenue dans une fiole jaugée de 100 ml, compléter au volume et homogénéiser.

5 APPAREILLAGE

Voir ISO 2590, chapitre 5.

6 MODE OPÉRATOIRE

AVERTISSEMENT – Voir ISO 2590, chapitre 6.

6.1 Prise d'essai

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

6.2 Préparation de la solution d'essai

6.2.1 Si la prise d'essai (6.1) contient 1 à 20 μg de As, l'introduire dans la fiole conique (5.1.1) de l'appareil (5.1). Ajouter 20 ml d'eau et la quantité de la solution d'acide chlorhydrique (4.1) nécessaire pour obtenir une solution à pH 4. Diluer à 30 ml environ, ajouter 12 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.1) et 1 ml de la solution de bromure-bromate de potassium (4.9). Adapter, à la fiole, un réfrigérant à reflux, à joint en verre rodé, et faire bouillir la solution durant 20 min; poursuivre le chauffage de la solution sur un bain d'eau bouillante jusqu'à l'élimination complète du brome. Refroidir ensuite la solution.

6.2.2 Si la prise d'essai (6.1) contient plus de 20 μg de As, l'introduire dans une fiole conique à col en verre rodé, de capacité convenable. Dissoudre dans 20 ml environ d'eau et ajouter de la solution d'acide chlorhydrique (4.1) jusqu'à l'obtention d'une solution à pH 4 environ. Ajouter encore 10 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.1) et 1 ml de la solution de bromure-bromate de potassium (4.9). Adapter, à la fiole, un réfrigérant à reflux, à joint en verre rodé, et faire bouillir la solution durant 20 min; poursuivre le chauffage de la solution sur un bain d'eau bouillante jusqu'à l'élimination complète du brome. Refroidir, transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 100 ml, compléter au volume et homogénéiser.

Prélever une partie aliquote dont le volume connu avec précision ne dépasse pas 30 ml et contenant 1 à 20 μg de As, et l'introduire dans la fiole conique (5.1.1) de l'appareil (5.1). Diluer à 30 ml, s'il y a lieu, avec de l'eau et ajouter ensuite 10 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.1). La solution finale doit avoir une acidité de 3 N à 4 N.

6.3 Essai à blanc

Voir ISO 2590, paragraphe 6.2.

6.4 Établissement de la courbe d'étalonnage

Voir ISO 2590, paragraphe 6.3.

6.5 Dosage

À la solution d'essai (6.2.1 ou 6.2.2) placée dans la fiole conique (5.1.1), ajouter 2 ml de la solution d'iodure de potassium (4.6) et 2 ml de la solution de chlorure d'étain(II) (4.7); agiter et laisser reposer durant 15 min. Compléter les opérations selon les modalités spécifiées dans l'ISO 2590, paragraphe 6.3.1, à partir du 4^e alinéa («Introduire dans le tube (5.1.2) un peu de coton hydrophile . . . »).

6.5.1 Mesures photométriques

Effectuer les mesurages photométriques de la solution d'essai et de la solution de l'essai à blanc selon les modalités spécifiées dans l'ISO 2590, paragraphe 6.4.1, après avoir toutefois ajusté l'appareil au zéro d'absorbance par rapport à la solution de diéthylthiocarbamate d'argent (4.2).

7 EXPRESSION DES RÉSULTATS

Au moyen de la courbe d'étalonnage (voir ISO 2590, paragraphe 6.3.3), déterminer les masses d'arsenic (As) correspondant à la valeur de la mesure photométrique de la solution d'essai et à celle de la solution de l'essai à blanc.

La teneur en arsenic, exprimée en milligrammes d'arsenic (As) par kilogramme, est donnée par la formule

$$\frac{m_1 - m_2}{m_0} \times D$$

où

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai (6.1);

m_1 est la masse, en microgrammes, de As trouvée dans la solution d'essai;

m_2 est la masse, en microgrammes, de As trouvée dans la solution de l'essai à blanc;

D est le rapport du volume de la solution d'essai au volume de la partie aliquote prélevée pour le dosage. (Si le dosage a été effectué sur la totalité de la solution d'essai, D est égal à 1.)

8 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

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

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

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 5372:1978

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f7659349-908a-4a12-9040-9e89a8da6e51/iso-5372-1978>

ANNEXE

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 absorption atomique dans la flamme.

ISO 5374 — Dosage des ions chlorure — Méthode potentiométrique.

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