
NORME INTERNATIONALE



5515

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

Fruits, légumes et produits dérivés — Décomposition des matières organiques en vue de l'analyse — Méthode par voie humide

Fruits, vegetables and derived products — Decomposition of organic matter prior to analysis — Wet method

ITCI STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

Première édition — 1979-02-01

[ISO 5515:1979](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/627842a6-5a00-4c08-b2a5-b38eb6fc5b7d/iso-5515-1979>

CDU 634.1/635 : 543.056

Réf. n° : ISO 5515-1979 (F)

Descripteurs : produit alimentaire, fruit, légume, produit dérivé des fruits et légumes, analyse chimique, dosage, matière organique, minéralisation.

Prix basé sur 3 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 5515 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits agricoles alimentaires*, et a été soumise aux comités membres en novembre 1976.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée : [ISO 5515:1979](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/627842a6-5a00-4c08-b2a5-b38eb61e3079/iso-5515-1979)

Afrique du Sud, Rép. d'	France	Pérou
Allemagne, R.F.	Hongrie	Pologne
Australie	Inde	Portugal
Autriche	Iran	Roumanie
Bulgarie	Irlande	Royaume-Uni
Canada	Israël	Tchécoslovaquie
Chili	Mexique	Turquie
Corée, Rép. de	Nouvelle-Zélande	Yougoslavie
Espagne	Pays-Bas	

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

Fruits, légumes et produits dérivés – Décomposition des matières organiques en vue de l'analyse – Méthode par voie humide

0 INTRODUCTION

Il existe deux méthodes de décomposition des matières organiques présentes dans les fruits, les légumes et les produits dérivés :

- a) méthode par voie humide, décrite dans la présente Norme internationale;
- b) méthode par incinération (voir ISO 5516).

Les Normes internationales particulières relatives à l'analyse des produits préciseront, si cela est nécessaire, la méthode à utiliser, et, éventuellement, les modifications à apporter à la méthode.

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme internationale spécifie une méthode de décomposition des matières organiques présentes dans les fruits, les légumes ou les produits dérivés, par minéralisation par voie humide, en vue de l'analyse minérale de ces produits.

2 RÉFÉRENCES

ISO 2173, *Produits dérivés des fruits et légumes – Détermination du résidu sec soluble – Méthode réfractométrique.*

ISO 5516, *Fruits, légumes et produits dérivés – Décomposition des matières organiques en vue de l'analyse – Méthode par incinération.*

3 PRINCIPE

Attaque d'une prise d'essai par chauffage jusqu'à décomposition totale des matières organiques et obtention d'une solution limpide,

- soit en présence d'acide sulfurique et d'acide nitrique, avec, dans certains cas, addition de peroxyde d'hydrogène,
- soit en présence d'acide sulfurique et d'acide nitrique, avec addition d'acide perchlorique.

4 RÉACTIFS

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique reconnue.

Pour la préparation des solutions, le rinçage de la verrerie et le mode opératoire lui-même, utiliser uniquement de l'eau distillée dans un appareil en verre borosilicaté ou en quartz, et conservée dans un flacon en verre borosilicaté ou en quartz.

4.1 Acide nitrique, ρ_{20} 1,42 g/ml.

4.2 Acide sulfurique, ρ_{20} 1,84 g/ml.

4.3 Peroxyde d'hydrogène, solution à 30 % (m/m), si nécessaire (voir 6.3.2).

4.4 Acide perchlorique, ρ_{20} 1,67 g/ml, si nécessaire (voir 6.4).

4.5 Acide chlorhydrique, solution 5 N, si nécessaire (voir 6.4).

Diluer 382,5 ml d'acide chlorhydrique concentré, ρ_{20} 1,19 g/ml, à 1 000 ml avec de l'eau.

4.6 Oxalate d'ammonium $[(\text{COONH}_4)_2]$, solution concentrée, environ 5 g pour 100 ml, dans le cas du dosage de l'étain (voir 6.4).

5 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et notamment :

5.1 Ballon de Kjeldahl, de 300 ml, en verre borosilicaté ou en quartz.

5.2 Support, avec dispositif de chauffage réglable.

5.3 Hotte d'évacuation.

5.4 Billes, en verre borosilicaté.

5.5 Fioles jaugées, de 50 ml ou de 100 ml, conformes à l'ISO 1042.

5.6 Pipettes jaugées, de capacités appropriées à un trait, conformes à l'ISO 648, ou graduées, conformes à l'ISO/R 835.

NOTE – Avant l'emploi, laver toute la verrerie avec de l'acide nitrique (4.1) chaud, puis rincer soigneusement à l'eau (distillée comme indiqué au début du chapitre 4).

5.7 Balance analytique.

6 MODE OPÉRATOIRE

6.1 Préparation de l'échantillon pour essai

Retirer les noyaux et loges carpellaires si nécessaire, et homogénéiser soigneusement l'échantillon.

Les produits congelés ou surgelés doivent être d'abord décongelés en vase clos, et le liquide formé au cours de la décongélation doit être ajouté au produit avant homogénéisation.

6.2 Prise d'essai

6.2.1 Produits liquides

Introduire, dans le ballon Kjeldahl (5.1), 5 à 10 g de l'échantillon pour essai, pesés à 0,001 g près, ou 5 à 10 ml de l'échantillon pour essai, prélevés à l'aide d'une pipette (5.6).

6.2.2 Autres produits

Introduire, dans le ballon Kjeldahl (5.1), 5 à 10 g de l'échantillon pour essai (sauf cas particulier – voir 7.1), pesés à 0,001 g près.

6.3 Décomposition sans utilisation d'acide perchlorique

6.3.1 Produits dont le résidu sec soluble (voir ISO 2173) est inférieur à 40 % (m/m)

Ajouter à la prise d'essai un mélange composé de 30 ml de l'acide nitrique (4.1) et de 10 ml, au minimum, de l'acide sulfurique (4.2), et quelques billes en verre (5.4).

Dans certains cas, il peut être utile de procéder à une attaque préliminaire, en laissant le mélange au contact dans le ballon durant un certain laps de temps (par exemple une nuit).

Placer le ballon contenant le mélange sur le dispositif de chauffage (5.2), chauffer avec précaution afin d'éviter une formation excessive de mousse.

Si ceci est nécessaire, interrompre le chauffage et ne le reprendre que lorsque la réaction violente a cessé.

Dès que possible, porter à l'ébullition jusqu'à ce que la solution commence à brunir légèrement. Ajouter alors, goutte à goutte, de l'acide nitrique (4.1) par fractions de 1 à 2 ml.

Après chaque addition, porter à l'ébullition, en évitant de chauffer trop fort. Il doit toujours rester, dans le mélange, une petite quantité d'acide nitrique, ce qui est indiqué par la présence de vapeurs nitreuses.

Cesser l'apport d'acide nitrique lorsque la solution ne brunit plus par addition de cet acide. Poursuivre le chauffage jusqu'à l'apparition de fumées blanches qui indiquent que la solution est fortement sulfurique et dépourvue d'acide nitrique. Si la solution brunit de nouveau, reprendre l'addition d'acide nitrique et recommencer les opérations, comme ci-dessus, jusqu'à ce que ce phénomène ne se produise plus.

Laisser refroidir la solution. Une absence de coloration ou une coloration légèrement verte ou jaune confirme que la minéralisation est terminée.

Ajouter alors avec précaution 15 ml d'eau à la solution froide, puis porter et maintenir à l'ébullition jusqu'à l'apparition de fumées blanches. Recommencer deux fois ces opérations.

Laisser refroidir et diluer la solution en ajoutant avec précaution 5 à 20 ml d'eau. Utiliser la totalité de cette solution directement pour l'analyse minérale; sinon, transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 50 ou 100 ml (5.5) et compléter au trait repère avec de l'eau.

6.3.2 Produits dont le résidu sec soluble (voir ISO 2173) est supérieur à 40 % (m/m)

Opérer comme en 6.3.1.

Si la minéralisation n'est pas terminée après l'addition graduelle de 10 ml de l'acide nitrique (4.1) au total et un dernier chauffage, refroidir la solution brune et ajouter, goutte à goutte, 1 à 2 ml de la solution de peroxyde d'hydrogène (4.3) et quelques gouttes de l'acide nitrique.

Faire bouillir d'abord doucement, puis plus vigoureusement, jusqu'à l'apparition de vapeurs nitreuses.

Répéter les opérations précédentes jusqu'à ce que la solution demeure incolore, puis faire bouillir jusqu'à l'élimination complète de l'acide nitrique et l'apparition de fumées blanches.

Si la solution brunit de nouveau, reprendre l'addition d'acide nitrique et de peroxyde d'hydrogène et poursuivre comme ci-dessus, jusqu'à ce que ce phénomène ne se produise plus. Laisser refroidir la solution. La minéralisation est terminée lorsque la solution demeure incolore après refroidissement.

Ajouter alors 15 ml d'eau et faire bouillir jusqu'à l'apparition de fumées blanches. Recommencer deux fois ces opérations.

Laisser refroidir et diluer la solution en ajoutant avec précaution 5 à 20 ml d'eau.

Utiliser la totalité de cette solution directement pour l'analyse minérale; sinon, transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 50 ou 100 ml (5.5) et compléter au trait repère avec de l'eau.

6.4 Décomposition avec utilisation d'acide perchlorique

6.4.1 Précautions

Le contact avec des substances oxydables ou combustibles, ou avec des agents déshydratants ou réducteurs, peut provoquer un incendie ou une explosion.

Les personnes manipulant l'acide perchlorique doivent donc être informées de ces risques. Des consignes de sécurité doivent comprendre ce qui suit :

- a) Se débarrasser immédiatement de l'acide perchlorique répandu au moyen d'un lavage avec de grandes quantités d'eau.
- b) Les hottes, canalisations et autres appareillages destinés à évacuer les vapeurs d'acide perchlorique doivent être en matériaux chimiquement inertes et réalisés de manière à pouvoir être lavés à l'eau. Les systèmes d'évacuation doivent aboutir dans des emplacements sûrs, et les ventilateurs doivent être accessibles pour permettre le nettoyage.
- c) Éviter de manipuler des produits chimiques organiques dans les hottes destinées à la décomposition par l'acide perchlorique.
- d) Utiliser des lunettes, des écrans de protection et autres dispositifs pouvant être nécessaires pour la protection du personnel.
- e) N'ajouter l'acide perchlorique qu'à des solutions diluées contenant de l'acide nitrique. Ne pas évaporer jusqu'à séchage.
- f) Le contact des solutions d'acide perchlorique avec des agents déshydratants puissants, tels que le chlorure de phosphore(V) ou l'acide sulfurique concentré, peut provoquer l'explosion de l'acide perchlorique anhydre.

L'acide perchlorique est extrêmement sensible au choc et à la chaleur lorsque sa concentration dépasse 72 %.

6.4.2 Produits dont le résidu sec soluble (voir ISO 2173) est inférieur à 15 % (m/m) et ne contenant pas une quantité notable d'amidon

Ajouter à la prise d'essai 6 à 8 ml de l'acide nitrique (4.1) et porter à l'ébullition.

Laisser refroidir, puis ajouter 6 à 8 ml de l'acide nitrique (4.1), 4 ml de l'acide sulfurique (4.2) et 3 ml de l'acide perchlorique (4.4). Faire bouillir d'abord doucement, puis plus vigoureusement, jusqu'à ce que la solution devienne incolore (ou verte ou jaune) et que des fumées blanches apparaissent.

Si la solution n'est pas décolorée au bout de 20 à 25 min, refroidir, ajouter quelques millilitres de l'acide nitrique (4.1) et 1 à 2 ml de l'acide perchlorique (4.4), et faire bouillir durant 4 à 5 min. Refroidir. La durée de la minéralisation est en général comprise entre 25 et 35 min.

6.4.3 Produits dont le résidu sec soluble (voir ISO 2173) est compris entre 15 et 25 % (m/m), ou est inférieur à 15 % (m/m), et contenant une quantité notable d'amidon

Ajouter à la prise d'essai 6 à 8 ml de l'acide nitrique (4.1) et porter à l'ébullition. La solution doit encore contenir de l'acide nitrique après l'ébullition. Aussi est-il préférable, après refroidissement, d'ajouter encore 6 à 8 ml de l'acide nitrique (4.1) et de porter de nouveau à l'ébullition. Recommencer encore une fois ces opérations.

Laisser refroidir, ajouter 6 à 8 ml de l'acide nitrique (4.1), 4 ml de l'acide sulfurique (4.2) et 3 à 5 ml de l'acide perchlorique (4.4), et faire bouillir jusqu'à ce que la solution devienne incolore. Refroidir. La durée de la minéralisation est en général comprise entre 35 et 45 min.

6.4.4 Produits dont le résidu sec soluble (voir ISO 2173) est supérieur à 25 % (m/m)

Ajouter à la prise d'essai 6 à 8 ml de l'acide nitrique (4.1), laisser en contact une nuit, puis porter à l'ébullition.

Après refroidissement, ajouter à nouveau 6 à 8 ml de l'acide nitrique (4.1) et porter à l'ébullition. Recommencer une ou deux fois ces opérations.

Après refroidissement, ajouter 6 à 8 ml de l'acide nitrique (4.1) et 4 ml de l'acide sulfurique (4.2). La décomposition débute violemment sans chauffage. Après cessation de la réaction violente, refroidir, ajouter 4 à 6 ml de l'acide nitrique (4.1) et 3 à 5 ml de l'acide perchlorique (4.4), et faire bouillir jusqu'à ce que la solution devienne incolore. Refroidir. La durée de la minéralisation est en général comprise entre 120 et 150 min.

6.4.5 Tous produits

Dans tous les cas précités (6.4.2, 6.4.3 ou 6.4.4), éliminer les dernières traces d'acide nitrique et d'acide perchlorique; dans ce but, ajouter 10 ml d'eau à la solution froide et faire bouillir jusqu'à l'apparition de fumées blanches; refroidir, ajouter 15 ml de l'acide chlorhydrique (4.5) et faire bouillir de nouveau jusqu'à l'apparition de fumées blanches.

NOTE — Pour le dosage de l'arsenic, faire bouillir avec de l'eau au lieu d'acide chlorhydrique. Pour le dosage de l'étain, ajouter la solution concentrée d'oxalate d'ammonium (4.6).

Utiliser la totalité de la solution pour l'analyse minérale; sinon, transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 50 ou 100 ml (5.5) et compléter au trait repère avec de l'eau.

7 CAS PARTICULIERS

7.1 Produits déshydratés

Utiliser le mode opératoire décrit en 6.3 ou en 6.4, correspondant au résidu sec soluble du produit, mais avec une prise d'essai (6.2.2) de 2 à 5 g, additionnée de 30 ml d'eau.

7.2 Produits contenant de l'éthanol

Ajouter à la prise d'essai (6.2) 100 ml d'eau. Faire bouillir jusqu'à l'évaporation de la majeure partie de l'eau.

Utiliser ensuite le mode opératoire décrit en 6.3 ou en 6.4, correspondant au résidu sec soluble du produit.

8 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

Le procès-verbal d'essai doit indiquer la méthode utilisée.

Il doit notamment préciser la masse de la prise d'essai, s'il y a eu addition de peroxyde d'hydrogène, ou si la décomposition a été effectuée en présence d'acide perchlorique, et si le volume de la solution a été complété à 50 ml ou à 100 ml. Il doit, en outre, mentionner tous les détails opératoires non prévus dans la présente Norme internationale, ou facultatifs, ainsi que les incidents éventuels susceptibles d'avoir agi sur les résultats.

Le procès-verbal d'essai doit donner tous les renseignements nécessaires à l'identification complète de l'échantillon.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 5515:1979](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/627842a6-5a00-4c08-b2a5-b38eb6fc5b7d/iso-5515-1979)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/627842a6-5a00-4c08-b2a5-b38eb6fc5b7d/iso-5515-1979>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 5515:1979

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/627842a6-5a00-4c08-b2a5-b38eb6fc5b7d/iso-5515-1979>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 5515:1979

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/627842a6-5a00-4c08-b2a5-b38eb6fc5b7d/iso-5515-1979>