
NORME INTERNATIONALE



5517

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

Fruits, légumes et produits dérivés — Détermination de la teneur en fer — Méthode photométrique à la phénanthroline-1,10

Fruits, vegetables and derived products — Determination of iron content — 1,10-Phenanthroline photometric method

ITC STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Première édition — 1978-05-01

[ISO 5517:1978](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/903fbc1f-38df-41a5-8260-c51549127907/iso-5517-1978>

CDU 634.1/635 : 546.72 : 543.42

Réf. n° : ISO 5517-1978 (F)

Descripteurs : fruit, légume, produit dérivé des fruits et légumes, analyse chimique, dosage, fer, méthode spectrophotométrique.

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 5517 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits agricoles alimentaires*, et a été soumise aux comités membres en mars 1977.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

[ISO 5517:1978](#)

Afrique du Sud, Rép. d'
Allemagne
Australie
Autriche
Bulgarie
Canada
Corée, Rép. de
Égypte, Rép. arabe d'

Espagne
France
Ghana
Hongrie
Inde
Iran
Israël
Mexique

Nouvelle-Zélande
Pologne
Portugal
Roumanie
Tchécoslovaquie
Thaïlande

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

Fruits, légumes et produits dérivés – Détermination de la teneur en fer – Méthode photométrique à la phénanthroline-1,10

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme internationale spécifie une méthode photométrique à la phénanthroline-1,10 pour la détermination de la teneur en fer des fruits, des légumes et des produits dérivés.

2 RÉFÉRENCES

ISO 5515, *Fruits, légumes et produits dérivés – Décomposition des matières organiques – Méthode par voie humide*.¹⁾

ISO 5516, *Fruits, légumes et produits dérivés – Décomposition des matières organiques – Méthode par incinération*.¹⁾

3 PRINCIPE

Décomposition de la matière organique, suivie de la réduction du fer trivalent par le chlorhydrate d'hydroxylamine. Formation, en milieu tamponné, du complexe stable fer(II)-phénanthroline-1,10. Mesurage photométrique du complexe de couleur rouge, à une longueur d'onde de 508 nm.

4 RÉACTIFS

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique reconnue. L'eau utilisée doit être de l'eau distillée ou de l'eau de pureté au moins équivalente.

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

4.2 Acide nitrique, ρ_{20} 1,32 g/ml.

4.3 Acide chlorhydrique, ρ_{20} 1,18 g/ml.

4.4 Chlorhydrate d'hydroxylamine (chlorure d'hydroxylammonium) ($\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$), solution à 200 g/l.

4.5 Solutions tampons

4.5.1 Acétate de sodium trihydraté ($\text{NaCH}_3\text{CO}_2\cdot 3\text{H}_2\text{O}$), solution à 450 g/l.

4.5.2 Acétate de sodium trihydraté ($\text{NaCH}_3\text{CO}_2\cdot 3\text{H}_2\text{O}$), solution à 272 g/l (2 M).

4.6 Phénanthroline-1,10, solution à 10 g/l.

Dans une fiole jaugée de 100 ml, dissoudre 1 g de phénanthroline-1,10 dans 80 ml d'eau à 80 °C et le minimum de l'acide chlorhydrique (4.3) dilué avec un égal volume d'eau.

Après refroidissement, compléter au trait repère et mélanger.

Cette solution, conservée au froid et à l'abri de la lumière, reste stable durant plusieurs semaines.

NOTE – Au lieu de phénanthroline-1,10, il est possible d'utiliser la quantité correspondante de chlorhydrate de phénanthroline, lequel est soluble à froid dans l'eau.

4.7 Fer, solution étalon à 0,020 g/l, préparée selon l'une des deux techniques suivantes :

a) Peser, à 0,001 g près, 7,024 g de sulfate double d'ammonium et de fer(II) hexahydraté $[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2\cdot 6\text{H}_2\text{O}]$. Les dissoudre dans de l'eau, ajouter 2 gouttes de l'acide chlorhydrique (4.3). Transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 500 ml, compléter au trait repère avec de l'eau et mélanger. Prélever, à l'aide d'une pipette, 10 ml de cette solution et les introduire dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Compléter au trait repère avec de l'eau et mélanger.

b) Peser, à 0,001 g près, 0,200 g de fil de fer de pureté analytique. Le dissoudre dans 200 ml de l'acide chlorhydrique (4.3) et ajouter 50 ml d'eau. Transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au trait repère avec de l'eau et mélanger. Prélever, à l'aide d'une pipette, 50 ml de cette solution et les introduire dans une fiole jaugée de 500 ml. Compléter au trait repère avec de l'eau et mélanger.

4.8 Acétate de magnésium $[\text{Mg}(\text{CH}_3\text{CO}_2)_2]$, solution à 150 g/l.

5 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et notamment :

5.1 Ballon de Kjeldahl, de 250 ou 300 ml de capacité.

1) Actuellement au stade de projet.

5.2 Pipettes, de 5, 10 et 20 ml de capacité, conformes à l'ISO 648, classe A.

5.3 Burettes, de 50 ml de capacité, graduées en 0,1 ml, conformes à l'ISO/R 385, classe A.

5.4 Fioles jaugées, de 50 et 100 ml de capacité, conformes à l'ISO 1042, classe A.

5.5 Bécher, de 50 ml de capacité.

5.6 Spectrophotomètre ou photocolorimètre, permettant des mesurages à une longueur d'onde de 508 nm.

5.7 Balance analytique.

5.8 pH-mètre.

6 MODE OPÉRATOIRE

6.1 Préparation de l'échantillon pour essai et prise d'essai

Voir ISO 5515 ou ISO 5516, selon la méthode de décomposition retenue (6.2). Prendre comme prise d'essai environ 10 g de l'échantillon pour essai pesés à 0,001 g près, ou 10 ml de l'échantillon pour essai prélevés à l'aide d'une pipette (5.2).

6.2 Décomposition

Opérer selon l'ISO 5515 ou selon l'ISO 5516, en complétant la solution d'essai à 100 ml. (Noter que, si la décomposition est réalisée selon l'ISO 5516, la dissolution des cendres est effectuée après imprégnation avec 5 ml d'acide sulfurique au lieu de 1 ml.)

6.3 Essai préliminaire

Effectuer un essai préliminaire en vue de déterminer le volume de la solution tampon (4.5.1) à ajouter. Selon la teneur présumée en fer, prélever, à l'aide d'une pipette (5.2), un volume de V_1 ml (5, 10 ou 20 ml) de la solution d'essai obtenue en 6.2.

Les verser dans le bécher de 50 ml (5.5), compléter éventuellement le volume à 20 ml avec de l'eau, puis ajouter 5 ml de la solution de chlorhydrate d'hydroxylamine (4.4).

Ajouter, au contenu du bécher, le volume de la solution tampon (4.5.1) nécessaire pour obtenir, au pH-mètre (5.8), un pH compris entre 3,5 et 4,5. Soit X ml le volume de solution tampon ajouté.

6.4 Détermination

Selon la teneur présumée en fer, prélever le même volume de V_1 ml (voir 6.3) de la solution d'essai obtenue en 6.2 et les introduire dans une fiole jaugée de 50 ml (5.4). Compléter éventuellement le volume à 20 ml avec de l'eau.

Ajouter 5 ml de la solution de chlorhydrate d'hydroxylamine (4.4) et verser X ml (voir 6.3) de la solution tampon (4.5.1) afin d'obtenir un pH compris entre 3,5 et 4,5*.

Ajouter 2 ml de la solution de phénanthroline-1,10 (4.6), compléter au trait repère avec de l'eau et mélanger. Laisser reposer 5 min.

Mesurer l'absorbance au moyen du spectrophotomètre ou du photocolorimètre (5.6) à une longueur d'onde de 508 nm. Si la coloration est trop intense, recommencer la détermination en prélevant un volume V_1 plus faible, ou, si cela n'est pas possible, en opérant sur une prise d'essai plus faible.

6.5 Nombre de déterminations

Effectuer deux déterminations sur le même échantillon pour essai (6.1).

6.6 Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc, en opérant dans les mêmes conditions et avec les mêmes quantités de tous les réactifs que celles utilisées pour la détermination, mais en omettant la prise d'essai.

6.7 Établissement de la courbe d'étalonnage

Dans une série de sept fioles jaugées de 100 ml (5.4), introduire respectivement 0 – 5 – 10 – 20 – 30 – 40 et 50 ml de la solution étalon de fer (4.7) et 2 ml de l'acide chlorhydrique (4.3). Compléter au trait repère et mélanger. Puis, dans une série de sept fioles jaugées de 50 ml (5.4), introduire 20 ml de chacune des solutions précédentes correspondant respectivement à 0 – 20 – 40 – 80 – 120 – 160 et 200 μg de fer. Ajouter 5 ml de la solution de chlorhydrate d'hydroxylamine (4.4). Agiter. Ajouter 3,5 ml de la solution tampon (4.5.2). Agiter. Ajouter enfin 2 ml de la solution de phénanthroline-1,10 (4.6). Compléter au trait repère et mélanger. Laisser reposer 5 min. Agiter.

Mesurer l'absorbance au moyen du spectrophotomètre ou photocolorimètre (5.6) à une longueur d'onde de 508 nm. Soustraire des valeurs trouvées l'absorbance correspondant à l'essai à blanc (6.6). Tracer la courbe d'étalonnage donnant le nombre de microgrammes de fer en fonction de l'absorbance.

* Bien que la coloration se développe en milieu de pH compris entre 2 et 9, son intensité n'est constante qu'entre pH 3,5 et pH 4,5.

7 EXPRESSION DES RÉSULTATS

7.1 Mode de calcul et formules

7.1.1 Prélèvement effectué en volume

La teneur en fer, exprimée en milligrammes par litre de produit, est donnée par la formule

$$\frac{m_1}{1\ 000} \times \frac{100}{V_1} \times \frac{1\ 000}{V_0} = \frac{m_1 \times 100}{V_1 \times V_0}$$

où

m_1 est la masse, en microgrammes, de fer, lue sur la courbe d'étalonnage (6.7);

V_0 est le volume, en millilitres, de la prise d'essai (6.1);

V_1 est le volume, en millilitres, du prélèvement final pour la détermination (6.4).

7.1.2 Prélèvement effectué en masse

La teneur en fer, exprimée en milligrammes par kilogramme de produit, est donnée par la formule

$$\frac{m_1}{1\ 000} \times \frac{100}{V_1} \times \frac{1\ 000}{m_0} = \frac{m_1 \times 100}{V_1 \times m_0}$$

où

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

m_1 est la masse, en microgrammes, de fer, lue sur la courbe d'étalonnage (6.7);

V_1 est le volume, en millilitres, du prélèvement final pour la détermination (6.4).

7.2 Répétabilité

La différence entre les résultats des deux déterminations, effectuées simultanément ou rapidement l'une après l'autre par le même analyste, sur le même échantillon pour essai, ne doit pas dépasser $\pm 3\%$ de la valeur moyenne.

8 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

Le procès-verbal d'essai doit indiquer la méthode utilisée et le résultat obtenu. 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 le résultat.

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

ISO 5517:1978

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/903fbc1f-38df-41a5-8260-c51549127907/iso-5517-1978>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 5517:1978

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/903fbc1f-38df-41a5-8260-c51549127907/iso-5517-1978>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 5517:1978

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/903fbc1f-38df-41a5-8260-c51549127907/iso-5517-1978>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 5517:1978

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/903fbc1f-38df-41a5-8260-c51549127907/iso-5517-1978>