



Publié 1981-11-15

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

Lait et produits laitiers — Détermination de la teneur en cuivre — Méthode photométrique de référence

ERRATUM

Page 2

5.9 Diéthylthiocarbamate de sodium, solution.

Remplacer la première phrase par la suivante :

«Dans une fiole jaugée de 100 ml, dissoudre 400 mg de diéthylthiocarbamate de sodium trihydraté $[(C_2H_5)_2NCSSNa \cdot 3H_2O]$ dans 90 ml d'eau.»

Page 3

8.1.8 Matière grasse de beurre

Supprimer la dernière phrase («Refroidir à environ 20 °C.»).

Page 6

9.1 Mode de calcul et formule

[ISO 5738:1980](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d73bf366-9722-434b-9e1b-656563641495/iso-5738-1980)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d73bf366-9722-434b-9e1b-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d73bf366-9722-434b-9e1b-656563641495/iso-5738-1980)

Dans l'explication des symboles littéraux figurant dans la formule, remplacer « m_1 » par « m_0 » à la deuxième ligne après la formule, et remplacer « m_0 » par « m_1 » à la troisième ligne après la formule.

iteh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Norme internationale



5738

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

Lait et produits laitiers — Détermination de la teneur en cuivre — Méthode photométrique de référence

Milk and milk products — Determination of copper content — Photometric reference method

Première édition — 1980-10-15

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 5738:1980

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d73b366-9722-434b-9e1b-6565636a41e0/iso-5738-1980>

CDU 637.1/.3 : 546.56 : 543.42

Réf. n° : ISO 5738-1980 (F)

Descripteurs : produit laitier, lait, analyse chimique, dosage, cuivre.

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 5738 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34 *Produits agricoles alimentaires*, et a été soumise aux comités membres en juin 1977.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée : [ISO 5738:1980](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d73bf366-9722-434b-9e1b-6565636a19a0/iso-5738-1980)

Afrique du Sud, Rép. d'	Éthiopie	Pologne
Allemagne, R.F.	France	Portugal
Australie	Hongrie	Roumanie
Autriche	Inde	Royaume-Uni
Belgique	Israël	Tchécoslovaquie
Bulgarie	Kenya	Thaïlande
Canada	Mexique	Turquie
Corée, Rép. de	Nouvelle-Zélande	URSS
Égypte, Rép. arabe d'	Pays-Bas	Yougoslavie
Espagne	Philippines	

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

NOTE — La méthode spécifiée dans la présente Norme internationale a été élaborée conjointement avec la FIL (Fédération internationale de laiterie) et l'AOAC (Association des chimistes analytiques officiels, U.S.A.), et sera également publiée par ces organisations.

Lait et produits laitiers — Détermination de la teneur en cuivre — Méthode photométrique de référence

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode photométrique de référence pour la détermination de la teneur en cuivre du lait et des produits laitiers.

La méthode est applicable aux produits suivants :

- lait, lait écrémé et babeurre;
- lait concentré non sucré et lait concentré sucré;
- poudre de lait entier et de lait écrémé;
- crème et beurre;
- matière grasse de beurre;¹⁾
- crème glacée;
- fromage à pâte molle, à pâte dure ou demi-dure, de différents âges, et fromage fondu;
- caséines, caséinates, et coprécipités.

2 Référence

ISO/R 707, *Lait et produits laitiers — Méthode d'échantillonnage*.

3 Définition

teneur en cuivre du lait ou d'un produit laitier : Quantité de substances, déterminée selon la méthode décrite dans la présente Norme internationale et exprimée en milligrammes de cuivre par kilogramme.

4 Principe

Minéralisation de la matière organique à l'aide d'un mélange formé d'acide nitrique et d'acide sulfurique, précédée de l'élimination de la matière grasse dans le cas de la crème, du beurre et de la matière grasse de beurre.

Après neutralisation par une solution d'hydroxyde d'ammonium, formation d'un complexe cuivrique à l'état de sel de l'acide diéthylthiocarbamique. Extraction du sel de cuivre(II) par l'acétate d'amyle. Mesurage photométrique de l'absorbance (densité optique) de la solution jaune.

NOTE — La présence de bismuth et/ou de tellure interfère avec la détermination du cuivre. Pour le contrôle de l'absence et le mode d'élimination, voir 8.6.

5 Réactifs

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique reconnue et exempts de cuivre, à l'exception de la solution étalon de sulfate de cuivre(II) (5.1.1). L'eau utilisée doit être de l'eau bidistillée, la distillation finale étant réalisée au moyen d'un appareillage exempt de cuivre.

5.1 Ethanol, à environ 96 % (V/V).

Distiller, si nécessaire, dans un appareil exempt de cuivre.

5.2 Oxyde diéthylique.

Distiller, si nécessaire, dans un appareil exempt de cuivre.

5.3 Éther de pétrole, intervalle de distillation entre 40 et 60 °C.

Distiller, si nécessaire, dans un appareil exempt de cuivre.

5.4 Acide nitrique, concentré, ρ_{20} 1,42 g/ml.

Distiller dans un appareil exempt de cuivre, en rejetant les premiers 50 ml de distillat.

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

5.6 Peroxyde d'hydrogène, ρ_{20} 1,099 à 1,103 g/ml.

5.7 Hydroxyde d'ammonium, solution, ρ_{20} 0,91 g/ml.

Purifier, si nécessaire, par distillation sous pression réduite, dans un appareil exempt de cuivre.

1) La désignation « matière grasse de beurre » couvre tous les produits décrits dans la norme FIL 68 : 1971.

5.8 Citrate d'ammonium-EDTA, solution.

Dans une fiole jaugée de 1 000 ml, dissoudre, dans de l'eau, 400 g de citrate d'ammonium [(NH₄)₃C₆H₅O₇] et 100 g de sel disodique dihydraté d'EDTA [acide (éthylène dinitrilo)tétracétique, sel disodique dihydraté] [Na₂C₁₀H₁₄N₂O₈·2H₂O]. Compléter au volume.

Si nécessaire, purifier cette solution de la manière suivante :

Extraire la solution de citrate d'ammonium et d'EDTA avec 25 ml d'une solution de diéthylammonium-diéthylthiocarbamate [(C₂H₅)₂NCSSNH₂(C₂H₅)₂] à 1 g/l dans du tétrachlorure de carbone (CCl₄). Répéter l'extraction avec des portions de 25 ml du même réactif jusqu'à ce que le tétrachlorure de carbone reste presque incolore.

5.9 Diéthylthiocarbamate de sodium, solution.

Dans une fiole jaugée de 100 ml, dissoudre 400 mg de diéthylthiocarbamate de sodium [(C₂H₅)₂NCSSNa] (ou 500 mg du sel trihydraté) dans 90 ml d'eau. Compléter au volume avec de la solution d'hydroxyde d'ammonium (5.7).

Conserver la solution à l'obscurité dans un réfrigérateur (0 à 8 °C). Renouveler la solution chaque semaine.

5.10 Acétate d'amyle

Sécher 1 litre d'acétate d'amyle sur 15 g de sulfate de sodium anhydre, durant 24 h. Distiller dans un appareil exempt de cuivre, en recueillant la fraction qui distille entre 136 et 140 °C.

NOTE — Au lieu d'acétate d'amyle, on peut utiliser du xylène distillé dans un appareil exempt de cuivre.

5.11 Sulfate de cuivre(II), solution étalon.

5.11.1 Solution mère

Dissoudre, dans de l'eau, 196,5 mg de sulfate de cuivre(II) pentahydraté (CuSO₄·5H₂O). Ajouter 5 ml d'une solution d'acide sulfurique 0,5 M et diluer à 1 000 ml avec de l'eau.

5.11.2 Solution de travail

Préparer cette solution le jour de l'emploi.

Ajouter 10 ml de la solution mère (5.11.1) à 5 ml d'une solution d'acide sulfurique 0,5 M et diluer à 500 ml avec de l'eau.

1 ml de cette solution de travail contient 1 µg de Cu.

5.12 Phénolphthaléine, solution.

Dissoudre 1 g de phénolphthaléine dans 100 ml d'éthanol à 90 % (V/V).

6 Appareillage

Conserver la verrerie propre, y compris les billes en verre (6.7),

dans de la solution d'acide nitrique à 10 % (m/m). Avant l'usage, rincer trois fois avec de l'eau distillée et trois fois avec de l'eau bidistillée. Sécher, si nécessaire, en rinçant successivement avec de l'éthanol et de l'oxyde diéthylique.

6.1 Balance analytique.

6.2 Appareil de broyage ou râpe à fromage, facilement nettoyable.

6.3 Tamis, à ouverture de maille de 0,5 mm de dimension nominale, en matériau exempt de cuivre.

6.4 Bains d'eau, permettant de maintenir des températures de 30 à 40 °C, 40 à 60 °C, 60 à 65 °C et 80 à 90 °C.

6.5 Microbrûleurs à gaz.

6.6 Ballons d'attaque (Kjeldahl), munis de bouchons en verre rodés et portant un trait repère à 50 ml sur la partie inférieure du col.

6.7 Billes en verre.

6.8 Éprouvettes graduées, de 5 et 25 ml de capacités.

6.9 Pipettes graduées, de 5 et 25 ml de capacités, graduées en 0,1 ml, conformes à l'ISO/R 835, classe A.

6.10 Pipettes à un trait, de 1, 2, 5 et 20 ml de capacités, conformes à l'ISO/R 648, classe A.

6.11 Spectrophotomètre, permettant de faire des lectures à 436 nm, équipé de cuves de 10 mm de parcours optique.

7 Échantillonnage

7.1 Voir ISO/R 707.

Éviter toute contamination par le cuivre.

Conserver les récipients pour échantillonnage dans de la solution d'acide nitrique à 10 % (m/m).

7.2 Conserver l'échantillon de façon à éviter toute modification ou toute détérioration de sa composition.

8 Mode opératoire

Éviter toute contamination par le cuivre.

8.1 Préparation de l'échantillon pour essai

8.1.1 Lait et lait écrémé

Porter l'échantillon à 20 ± 2 °C et mélanger avec soin.

Si, dans le cas du lait, la matière grasse n'est pas dispersée de façon homogène, chauffer lentement l'échantillon entre 35 et 40 °C, mélanger doucement en agitant et refroidir à 20 ± 2 °C.

8.1.2 Babeurre

Si nécessaire, éliminer les grains de beurre. Porter l'échantillon à 20 ± 2 °C et mélanger avec soin, juste avant de peser (8.2.1).

8.1.3 Crème

Porter l'échantillon à 20 ± 2 °C. Mélanger ou agiter parfaitement, mais pas trop vigoureusement, afin d'éviter le moussage ou le barattage.

Si la crème est très épaisse, ou si la matière grasse n'est pas dispersée uniformément, chauffer lentement entre 35 et 40 °C pour faciliter le mélange.

Refroidir rapidement l'échantillon à 20 ± 2 °C.

NOTE — On ne peut pas espérer obtenir des résultats corrects si l'on ne réalise pas un mélange convenable de l'échantillon, ou si l'échantillon présente des signes de barattage ou d'autres anomalies.

8.1.4 Lait concentré non sucré

Agiter et retourner le récipient. Ouvrir le récipient et verser lentement le lait dans un second récipient pourvu d'un couvercle étanche. Mélanger par transvasements successifs, en prenant soin d'incorporer à l'échantillon la matière grasse ou les autres constituants pouvant adhérer à la paroi et au fond du premier récipient.

Finalement, transvaser le lait aussi complètement que possible dans le second récipient et fermer ce dernier.

Chauffer le récipient clos dans un bain d'eau entre 40 et 60 °C. Toutes les 15 min, sortir le récipient du bain d'eau et le secouer vigoureusement. Au bout de 2 h, retirer le récipient et le refroidir à 20 ± 2 °C. Enlever le couvercle et bien mélanger en agitant le lait avec une cuillère ou une spatule.

NOTE — Si la matière grasse se sépare, on ne peut pas espérer obtenir des résultats corrects.

8.1.5 Lait concentré sucré

Ouvrir le récipient et bien mélanger le lait avec une cuillère ou une spatule. Appliquer un mouvement de rotation vertical, de manière que les couches supérieures et le contenu des angles inférieurs du récipient soient agités et mélangés. Prendre soin d'incorporer à l'échantillon le lait adhérent à la paroi et au fond du récipient. Transvaser le lait aussi complètement que possible dans un deuxième récipient pourvu d'un couvercle étanche, et fermer ce récipient.

NOTE — Si le lait est contenu dans un tube souple, ouvrir le tube et transvaser son contenu dans un récipient pour échantillonnage. Couper le tube de façon à l'ouvrir entièrement et détacher toute la matière adhérent à l'intérieur, aussi complètement que possible, et la joindre à l'échantillon contenu dans le récipient.

Chauffer le récipient clos dans un bain d'eau entre 30 et 40 °C. Ouvrir le récipient et transvaser le lait aussi complètement que possible dans un récipient pour échantillonnage. Prendre soin d'incorporer à l'échantillon le lait adhérent à l'intérieur du deuxième récipient. Refroidir à 20 ± 2 °C. Bien agiter le lait dans le récipient. Mélanger jusqu'à ce que la masse soit homogène. Fermer le récipient.

8.1.6 Poudre de lait entier et poudre de lait écrémé

Transférer la poudre de lait dans un récipient pourvu d'un couvercle étanche, d'un volume environ double de celui de la poudre. Fermer le récipient immédiatement. Bien mélanger la poudre de lait au moyen d'agitations et de retournements répétés du récipient.

8.1.7 Beurre

8.1.7.1 Si l'échantillon n'est pas visiblement hétérogène, refroidir à 4 ± 2 °C avant de peser de façon à faciliter le transfert dans le ballon d'attaque.

8.1.7.2 Si l'échantillon est visiblement hétérogène, porter l'échantillon à une température à laquelle il sera assez mou pour faciliter un mélange parfait conduisant à un état homogène, sans provoquer la rupture de l'émulsion. Normalement, cette température de mélange ne doit pas dépasser 35 °C. Refroidir l'échantillon à environ 20 °C (ou jusqu'à ce qu'il soit devenu plutôt ferme), en continuant à mélanger. Dès que possible après refroidissement, ouvrir le récipient pour échantillonnage et agiter brièvement (pas plus de 10 s) avec une cuillère ou une spatule. Opérer comme en 8.1.7.1.

8.1.8 Matière grasse de beurre

Avant de peser, porter l'échantillon à 40 °C, le maintenir à cette température durant 5 min et mélanger doucement. Refroidir à environ 20 °C.

8.1.9 Crème glacée

Pour des échantillons en petits emballages, enlever l'emballage et mettre l'échantillon dans un récipient pourvu d'un couvercle étanche.

Pour des échantillons prélevés dans de grands emballages ou dans de la marchandise en vrac, les conserver dans leurs récipients pour échantillonnage.

Dans les deux cas, faire fondre l'échantillon par séjour dans un bain d'eau à 45 ± 1 °C durant le temps juste nécessaire pour rendre l'échantillon fluide. Mélanger l'échantillon par agitation. Refroidir à la température ambiante, en continuant à mélanger jusqu'à refroidissement complet.

8.1.10 Fromage et fromage fondu

Éliminer la croûte ou la surface moisie du fromage, de façon à obtenir un échantillon représentatif du fromage tel qu'il est consommé. Broyer ou râper l'échantillon à l'aide d'un dispositif

approprié (6.2); mélanger rapidement la masse broyée ou râpée et, si possible, broyer ou râper une seconde fois et mélanger encore soigneusement.

Si l'échantillon ne peut pas être broyé, bien mélanger par un malaxage très poussé. Transférer l'échantillon pour essai dans un récipient étanche en attendant l'analyse qui doit être effectuée le jour même. Si un délai est inévitable, prendre toutes précautions utiles pour assurer une conservation parfaite de l'échantillon et pour éviter une condensation d'eau à la surface interne du récipient. La température de stockage doit être de 10 à 12 °C.

Nettoyer l'appareillage après broyage ou râpage de chaque échantillon.

8.1.11 Caséines et caséinates

8.1.11.1 Bien mélanger l'échantillon pour laboratoire au moyen d'agitations et de retournements répétés du récipient (si nécessaire après avoir transvasé la totalité de l'échantillon pour laboratoire dans un récipient étanche à l'air, de capacité convenable, en vue de permettre la réalisation de cette opération).

8.1.11.2 Transférer environ 50 g de l'échantillon pour laboratoire bien mélangé sur le tamis de contrôle (6.3).

8.1.11.3 Si cette fraction de 50 g passe complètement ou presque à travers le tamis, utiliser pour la détermination l'échantillon tel qu'il a été préparé en 8.1.11.1.

8.1.11.4 Dans le cas contraire, broyer cette fraction de 50 g au moyen du dispositif de broyage (6.2) jusqu'à ce qu'elle passe complètement à travers le tamis. Transférer immédiatement l'échantillon tamisé dans un récipient étanche à l'air, de capacité suffisante, et bien mélanger au moyen d'agitations et de retournements répétés. Au cours de ces opérations, prendre toutes précautions utiles en vue d'éviter une modification de la teneur en eau du produit.

8.1.11.5 Procéder à la détermination dès que possible après la préparation de l'échantillon pour essai.

8.2 Pesée et prétraitement de la prise d'essai

8.2.1 Lait, lait écrémé et babeurre

Peser, à 10 mg près, dans l'un des ballons d'attaque (6.6), 20 g de l'échantillon pour essai (8.1). Ajouter 3 ml de l'acide nitrique (5.4) et 2,5 ml de l'acide sulfurique (5.5).

Continuer comme en 8.3.

8.2.2 Lait concentré non sucré

Peser, à 10 mg près, dans l'un des ballons d'attaque, (6.6), 8 g de l'échantillon pour essai (8.1). Ajouter 3 ml de l'acide nitrique (5.4) et 2,5 ml de l'acide sulfurique (5.5).

Continuer comme en 8.3.

8.2.3 Lait concentré sucré

Peser, à 10 mg près, dans l'un des ballons d'attaque (6.6), 5 g de l'échantillon pour essai (8.1). Ajouter 10 ml d'eau et 2,5 ml de l'acide sulfurique (5.5).

NOTE — On ne doit pas ajouter d'acide nitrique à ce stade, à cause de la formation excessive de mousse.

Continuer comme en 8.3.

8.2.4 Poudre de lait entier et poudre de lait écrémé

Peser, à 1 mg près, dans l'un des ballons d'attaque (6.6), 2 g de l'échantillon d'essai (8.1). Ajouter 5 ml d'eau et bien mélanger. Ensuite, ajouter 3 ml de l'acide nitrique (5.4) et 2,5 ml de l'acide sulfurique (5.5).

Continuer comme en 8.3.

8.2.5 Beurre et matière grasse du beurre

Peser, à 10 mg près, dans l'un des ballons d'attaque (6.6), 20 g de l'échantillon pour essai (8.1). Ajouter, dans le cas de la crème et du beurre, 8 ml de l'acide nitrique (5.4) et, dans le cas de la matière grasse de beurre, 4 ml d'eau et 8 ml de l'acide nitrique (5.4).

Chauffer le ballon dans un bain d'eau entre 80 et 90 °C durant 1 h. Bien agiter toutes les 3 min de façon à laver la matière grasse avec l'acide nitrique. Refroidir à 40 °C et enlever le plus possible de la couche de matière grasse à l'aide d'une pipette.

Ajouter 15 ml de l'éther de pétrole (5.3), agiter soigneusement et éliminer le plus possible du solvant à l'aide d'une pipette.

Répéter cette extraction deux fois avec de nouvelles portions de 15 ml de l'éther de pétrole. Chasser le reste de l'éther de pétrole par chauffage dans un bain d'eau entre 80 et 90 °C.

Refroidir à la température ambiante. Ajouter 2,5 ml de l'acide sulfurique (5.5).

Continuer comme en 8.3.

8.2.6 Crème glacée, fromage et fromage fondu

Peser, à 1 mg près, dans l'un des ballons d'attaque (6.6), 3 g de l'échantillon pour essai (8.1). Ajouter 3 ml de l'acide nitrique (5.4) et 2,5 ml de l'acide sulfurique (5.5).

Continuer comme en 8.3.

8.2.7 Caséines, caséinates et coprécipités

Peser, à 1 mg près, dans l'un des ballons d'attaque (6.6), 1 g de l'échantillon pour essai (8.1). Ajouter 5 ml d'eau, 3 ml de l'acide nitrique (5.4) et 2,5 ml de l'acide sulfurique (5.5).

Continuer comme en 8.3.

8.3 Minéralisation

8.3.1 Ajouter trois billes en verre (6.7). En opérant sous une hotte bien ventilée, placer le ballon d'attaque en position inclinée et chauffer avec l'un des microbrûleurs (6.5). La hauteur de la flamme doit être réglée de façon à limiter la production de mousse dans le ballon. On peut laisser de la mousse se produire dans le col du ballon, mais la mousse ne doit pas sortir du ballon. Laisser bouillir doucement le mélange.

Éviter les surchauffes locales.

NOTE — Un essai à blanc (8.5) doit être effectué simultanément.

8.3.2 Lorsque la solution devient brune, ajouter, avec précaution, 3 à 5 gouttes de l'acide nitrique (5.4). *Chauffer vigoureusement dès que possible.* Continuer le chauffage et l'addition d'acide nitrique à raison de 5 à 20 gouttes chaque fois, en agitant le ballon de temps en temps pour enlever toute la matière adhérent à la paroi. Poursuivre l'attaque jusqu'à ce que le mélange reste incolore.

Refroidir à la température ambiante.

8.3.3 Ajouter, avec précaution, 2 ml d'eau et 1 ml de la solution de peroxyde d'hydrogène (5.6). Agiter et chauffer de nouveau jusqu'à émission de fumées blanches. Si la solution devient jaune, ajouter à nouveau 0,5 ml de la solution de peroxyde d'hydrogène. Continuer le chauffage durant 45 min après le commencement de l'émission des fumées blanches. Refroidir à la température ambiante et ajouter de l'eau jusqu'à l'obtention d'un volume total d'environ 25 ml.

8.3.4 Ajouter 5 ml de la solution de citrate d'ammonium et d'EDTA (5.8) et 0,1 ml de la solution de phénolphtaléine (5.12). Ajouter de la solution d'hydroxyde d'ammonium (5.7), en agitant de temps en temps, jusqu'à ce que le mélange reste rouge clair.

8.4 Développement de la coloration

Pendant le développement de la coloration et de la détermination photométrique, éviter une exposition inutile à une lumière plus forte qu'un éclairage de 150 lx (lumière du jour atténuée).

Ajouter 5 ml de la solution de diéthylthiocarbamate de sodium (5.9), tout en agitant.

Compléter au trait repère de 50 ml avec de l'eau. À l'aide d'une pipette, ajouter à la solution 4 ml de l'acétate d'amyle (5.10) et fermer le ballon avec son bouchon. Chauffer le ballon clos durant 10 min dans un bain d'eau entre 60 et 65 °C. Ensuite, agiter vigoureusement le ballon durant 1 min au moyen de retournements répétés, mais en s'assurant que le bouchon reste en place.

NOTE — Si l'on utilise du xylène au lieu d'acétate d'amyle, la durée de l'agitation doit être de 2 min.

Refroidir immédiatement le ballon clos dans de l'eau courante durant au moins 10 min.

Éliminer le trouble apparu dans la couche d'acétate d'amyle en agitant le ballon, avec précaution, de la position verticale à la position horizontale, un certain nombre de fois.

Continuer cette agitation du ballon si le trouble persiste. Maintenir le ballon durant 1 h à l'obscurité.

8.5 Essai à blanc

En même temps que l'analyse de la prise d'essai, effectuer un essai à blanc en utilisant tous les réactifs et 20 ml d'eau au lieu de la prise d'essai.

Pendant l'attaque, utiliser les mêmes quantités de l'acide nitrique (5.4) et de la solution de peroxyde d'hydrogène (5.6) que pour l'attaque de la prise d'essai.

8.6 Mesures photométriques

Transvaser la couche d'acétate d'amyle, à l'aide d'une pipette, dans une cuve du spectrophotomètre (6.11). Mesurer les absorbances des couches d'acétate d'amyle de la solution d'essai (8.4) et de la solution de l'essai à blanc des réactifs (8.5) par rapport à celle de l'eau, à la longueur d'onde de 436 nm.

Soustraire la valeur de l'essai à blanc de celle de la solution d'essai.

NOTES

1 La valeur de l'absorbance de l'essai à blanc des réactifs doit correspondre à moins de 0,4 µg de cuivre (Cu) pour 50 ml. Si la valeur de l'essai à blanc correspond à plus de 0,4 µg de cuivre (Cu) pour 50 ml, tous les réactifs doivent être vérifiés.

2 L'absence de bismuth et de tellure est démontrée si la couche d'acétate d'amyle devient incolore après agitation avec une solution de cyanure de potassium à 5 % (m/m). Dans le cas contraire, ils doivent être éliminés par lavage de la couche d'acétate d'amyle avec une solution d'hydroxyde de sodium 1 M.

8.7 Nombre de déterminations

Toutes les déterminations, y compris l'essai à blanc (8.5), doivent être effectuées en double.

8.8 Courbe d'étalonnage

8.8.1 Introduire 0 (blanc) — 0,5 — 1 — 2 — 3 — 4 et 6 ml de la solution étalon de travail de sulfate de cuivre(II) (5.11.2) dans une série de sept ballons d'attaque (6.6). Diluer avec de l'eau jusqu'à environ 25 ml.

Ajouter 2,5 ml de l'acide sulfurique (5.5). Bien mélanger.

Ajouter 5 ml de la solution de citrate d'ammonium et d'EDTA (5.8) et 0,1 ml de la solution de phénolphtaléine (5.12). Ajouter de la solution d'hydroxyde d'ammonium (5.7), en agitant de temps en temps, jusqu'à ce que le mélange reste rouge clair.

8.8.2 Effectuer les opérations décrites en 8.4.