
Norme internationale



6561

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

Fruits, légumes et produits dérivés — Détermination de la teneur en cadmium — Méthode par spectrométrie d'absorption atomique sans flamme

Fruits, vegetables and derived products — Determination of cadmium content — Flameless atomic absorption spectrometric method

Première édition — 1983-11-01 **(standards.iteh.ai)**

[ISO 6561:1983](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4dc0193d-c259-4960-8790-bf4aa4156963/iso-6561-1983)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4dc0193d-c259-4960-8790-bf4aa4156963/iso-6561-1983>

CDU 635.1/.6 : 543.422 : 546.48

Réf. n° : ISO 6561-1983 (F)

Descripteurs : produit dérivé des fruits et légumes, essai, dosage, cadmium, méthode par absorption atomique.

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 6561 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits agricoles alimentaires*, et a été soumise aux comités membres en août 1982.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

[ISO 6561:1983](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4dc0193d-c259-4960-8790-bf4aa4156963/iso-6561-1983)

Afrique du Sud, Rép. d'	Hongrie	Roumanie
Allemagne, R. F.	Inde	Suède
Autriche	Iran	Tanzanie
Canada	Iraq	Tchécoslovaquie
Corée, Rép. de	Israël	Thaïlande
Corée, Rép. dém. p. de	Italie	Turquie
Égypte, Rép. arabe d'	Kenya	URSS
Espagne	Malaisie	Yougoslavie
Éthiopie	Pays-Bas	
France	Philippines	

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

Australie

Fruits, légumes et produits dérivés — Détermination de la teneur en cadmium — Méthode par spectrométrie d'absorption atomique sans flamme

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode par spectrométrie d'absorption atomique sans flamme, pour la détermination de la teneur en cadmium des fruits, des légumes et des produits dérivés.

2 Référence

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

3 Principe

Décomposition de la matière organique par voie humide et dosage du cadmium dissous par spectrométrie d'absorption atomique sans flamme.

4 Réactifs

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique reconnue et, à l'exception du sulfate de cadmium (4.8) et des solutions étalons de cadmium (4.9 et 4.10), être exempts de cadmium. L'eau utilisée doit être de l'eau bidistillée dans un appareil en verre borosilicaté, ou de l'eau de pureté au moins équivalente.

4.1 Acide sulfurique ($\rho_{20} = 1,84$ g/ml).

4.2 Acide nitrique ($\rho_{20} = 1,38$ g/ml).

4.3 Acide perchlorique ($\rho_{20} = 1,67$ g/ml).

4.4 Acide sulfurique, solution à 10 % (V/V).

4.5 Sel disodique de l'acide éthylène-diamine tétracétique (EDTA), solution à 0,020 0 mol/l.

4.6 Solution tampon, pH 9.

Dissoudre 5,4 g de chlorure d'ammonium dans de l'eau. Transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 100 ml, ajouter 35 ml de solution d'hydroxyde d'ammonium à 25 % (V/V) et ajuster au trait repère avec de l'eau.

4.7 Noir d'ériochrome T, mélange à 1 % (m/m) avec du chlorure de sodium.

4.8 Sulfate de cadmium octohydraté ($3\text{CdSO}_4 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$).

Le titre du sulfate de cadmium doit être vérifié de la façon suivante.

Peser exactement 102,6 mg de sulfate de cadmium, les entraîner quantitativement dans une fiole conique avec de l'eau et agiter jusqu'à dissolution. Ajouter 5 ml de la solution tampon (4.6) et environ 20 mg de noir d'ériochrome T (4.7). Titrer avec la solution d'EDTA (4.5) jusqu'à virage au bleu.

Le volume d'EDTA utilisé doit être de 20,00 ml. Si le volume est un peu différent, corriger en conséquence la masse de sulfate de cadmium utilisée pour la préparation de la solution étalon de cadmium (4.9).

4.9 Cadmium, solution étalon correspondant à 1 g de Cd par litre.

Dissoudre 2,282 0 g de sulfate de cadmium (4.8) dans de l'eau. Transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 1 000 ml et ajuster au trait repère avec de l'eau.

1 ml de cette solution étalon contient 1 mg de cadmium.

Conserver la solution dans un flacon en verre borosilicaté muni d'un bouchon rodé.

4.10 Cadmium, solution étalon correspondant à 0,05 mg de Cd par litre.

Prélever, à l'aide d'une pipette, 10 ml de la solution étalon de cadmium (4.9). les introduire dans une fiole jaugée de 1 000 ml

et ajuster au trait repère avec de l'eau. Prélever 5 ml de la solution ainsi obtenue, les introduire dans une fiole jaugée de 1 000 ml et ajuster au trait repère avec la solution d'acide sulfurique (4.4).

1 ml de cette solution étalon contient 0,05 µg de cadmium.

5 Appareillage

La verrerie utilisée doit être lavée au préalable avec de l'acide nitrique concentré chaud et rincée à l'eau.

Matériel courant de laboratoire, et notamment

- 5.1 Ballons à fond rond, de 1 000 ml de capacité.
- 5.2 Fioles jaugées à un trait, de 50 ml de capacité.
- 5.3 Pipettes à un trait ou pipettes graduées, de capacités appropriées.
- 5.4 Entonnoirs, et papiers filtres sans cendres.
- 5.5 Fiole conique.
- 5.6 Burette, de 25 ml de capacité, graduée en 0,1 ml.
- 5.7 Spectromètre d'absorption atomique, équipé d'un four graphite, d'un correcteur de bruit de fond, d'un enregistreur multipotentiométrique et d'une lampe à cathode creuse au cadmium permettant des mesurages à une longueur d'onde de 228,8 nm.

5.8 Micropipettes, type Eppendorf, de 5 — 10 — 20 — 25 et 50 µl de capacités, munies d'embouts standard incolore Eppendorf.

NOTE — Certaines micropipettes Eppendorf sont imprécises à 10 % ou plus. À moins qu'elles ne soient étalonnées pour ce mode opératoire, il est préférable d'utiliser la même pipette pour la solution d'essai, les solutions d'étalonnage et la solution d'essai à blanc.

5.9 Balance analytique.

5.10 Broyeur mécanique, à revêtement intérieur et palettes en polytétrafluoréthylène (PTFE).

6 Mode opératoire

6.1 Préparation de l'échantillon pour essai

Rendre l'échantillon pour laboratoire bien homogène. Si nécessaire, retirer au préalable les noyaux et loges carpellaires et passer l'échantillon pour laboratoire au broyeur mécanique (5.10).

Dans le cas de produits congelés ou surgelés, les décongeler en vase clos et ajouter le liquide formé au cours de ce processus au produit avant l'homogénéisation.

6.2 Prise d'essai

6.2.1 Cas des produits liquides

Prélever, à l'aide d'une pipette, 10 ml de l'échantillon pour essai (6.1).

NOTE — Il est aussi possible d'effectuer la prise d'essai en masse, en pesant, à 0,01 g près, 10 g de l'échantillon pour essai.

6.2.2 Cas des produits semi-solides ou solides

Peser, à 0,01 g près, une quantité de l'échantillon pour essai (6.1) correspondant à environ 10 g de produit.

6.3 Décomposition

Introduire la prise d'essai (6.2) dans un ballon à fond rond (5.1). Si la prise d'essai liquide (6.2.1) contient de l'éthanol, le chasser au préalable par ébullition et laisser refroidir. Ajouter 10 ml d'acide nitrique (4.2), chauffer, puis ajouter avec précaution 5 ml d'acide sulfurique (4.1). Opérer ensuite comme décrit dans l'ISO 5515, paragraphe 6.3.1, du 2^e au 8^e alinéa.

Lorsque la décomposition est terminée, filtrer la solution sulfurique, diluée par quelques millilitres d'eau, sur un papier filtre sans cendres (5.4), préalablement rincé à l'acide chlorhydrique et à l'eau, en recueillant le filtrat dans une fiole jaugée de 50 ml (5.2). Rincer le ballon à fond rond (5.1) et le papier filtre avec quelques millilitres d'eau, en recueillant les eaux de rinçage dans la même fiole jaugée. Agiter, laisser refroidir et ajuster au trait repère. Homogénéiser par agitation.

6.4 Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc en répétant les opérations de la décomposition (6.3), mais en remplaçant la prise d'essai par 10 ml d'eau.

6.5 Détermination

6.5.1 Programme du four

Le four doit permettre quatre étapes thermiques indépendantes :

- séchage de la solution;
- décomposition thermique;
- atomisation;
- montée à la température maximale pour purger le four.

Les conditions proposées sont les suivantes :

- séchage à 100 °C durant 25 s;
- passage instantané à l'étape de décomposition thermique à 450 °C durant 30 s;

— atomisation en 7 s à 1 900 °C, après une montée progressive à cette température. Au cours de cette étape, l'appareil doit mémoriser l'absorbance maximale et enregistrer la variation d'absorbance. Le séjour des atomes dans le four peut être augmenté en diminuant le débit de circulation de l'azote («mini flow») ou en l'arrêtant («gaz stop»);

— montée à la température maximale (2 700 °C) pour purger le four avec l'azote en fin d'opération.

6.5.2 Établissement de la courbe d'étalonnage

Préparer des solutions d'étalonnage contenant chacune 5 — 10 et 20 µg/l de cadmium, par dilution appropriée de la solution étalon de cadmium (4.10). Injecter dans le four programmé selon 6.5.1, à l'aide d'une micropipette (5.8) munie d'un embout, successivement 3 fois 50 µl de chacune de ces solutions d'étalonnage. Déterminer les absorbances à partir des hauteurs des pics enregistrés. Calculer la valeur moyenne de l'absorbance à partir des résultats des 3 injections dans le four. Les absorbances ainsi déterminées correspondent respectivement à 0,000 25 — 0,000 5 et 0,001 µg de cadmium.

Tracer une courbe d'étalonnage en portant, par exemple, les valeurs d'absorbance en ordonnées et les teneurs correspondantes en cadmium en abscisses.

6.5.3 Détermination sur la solution d'essai

Injecter dans le four programmé selon 6.5.1, à l'aide d'une micropipette (5.8) munie d'un embout, successivement 3 fois 50 µl de la solution sulfurique décomposée obtenue en 6.3 (solution d'essai). Noter les absorbances correspondantes. Calculer la valeur moyenne de l'absorbance et, au moyen de la courbe d'étalonnage, lire la masse de cadmium contenue dans 50 µl de solution d'essai injectée.

6.5.4 Détermination de la solution d'essai à blanc

Injecter dans le four programmé selon 6.5.1, à l'aide d'une micropipette (5.8) munie d'un embout, successivement 3 fois 50 µl de la solution d'essai à blanc (6.4). Les absorbances doivent être nulles ou inférieures à 0,005. L'absorbance moyenne des trois mesures doit être éventuellement retranchée de l'absorbance moyenne de la solution d'essai déterminée en 6.5.3 avant de se reporter à la courbe d'étalonnage (6.5.2) pour obtenir la teneur en cadmium de la solution d'essai.

6.6 Nombre de déterminations

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

7 Expression des résultats

7.1 Mode de calcul et formules

7.1.1 Cas des produits liquides

La teneur en cadmium, exprimée en milligrammes par litre de produit, est égale à

$$m_1 \times 100$$

où m_1 est la masse, en microgrammes, de cadmium contenue dans 50 µl de la solution d'essai, lue sur la courbe d'étalonnage.

7.1.2 Cas des produits semi-solides ou solides

La teneur en cadmium, exprimée en milligrammes par kilogramme de produit, est égale à

$$\frac{m_1 \times 1\,000}{m_0}$$

où

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai (6.2.2);

m_1 est la masse, en microgrammes, de cadmium contenue dans 50 µl de la solution d'essai, lue sur la courbe d'étalonnage.

7.1.3 Résultat

Prendre comme résultat la moyenne arithmétique des valeurs obtenues à l'issue des deux déterminations (6.6) si la condition de répétabilité (voir 7.2) est remplie.

7.2 Répétabilité

La différence entre les valeurs obtenues à l'issue des deux déterminations (6.6), effectuées simultanément ou rapidement l'une après l'autre par le même analyste, sur le même échantillon pour essai, ne doit pas dépasser 10 % de la valeur moyenne.

7.3 Autre mode d'expression des résultats

Si l'on désire à exprimer la teneur en cadmium par rapport au produit sec, modifier les formules de calcul en conséquence.

8 Procès-verbal d'essai

Le procès-verbal d'essai doit indiquer la méthode utilisée et le résultat obtenu, en précisant clairement le mode d'expression utilisé. 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.

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 6561:1983](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4dc0193d-c259-4960-8790-bf4aa4156963/iso-6561-1983>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6561:1983

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4dc0193d-c259-4960-8790-bf4aa4156963/iso-6561-1983>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6561:1983

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4dc0193d-c259-4960-8790-bf4aa4156963/iso-6561-1983>