Norme internationale ISO 6634

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

Fruits, légumes et produits dérivés — Détermination de la teneur en arsenic — Méthode spectrophotométrique au diéthyldithiocarbamate d'argent

Fruits, vegetables and derived products — Determination of arsenic content — Silver diethyldithiocarbamate spectrophotometric method

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Première édition — 1982-12-01

ISO 6634:1982
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0c395f07-953b-4f6b-9f3f-477d03dacc3d/iso-6634-1982

CDU 634.1/635.6 : 543.42 : 546.19 **Réf. nº : ISO 6634-1982 (F)**

Descripteurs : produit agricole, fruit, légume, analyse chimique, dosage, arsenic, méthode spectrophotométrique.

Prix basé sur 5 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 6634 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits agricoles alimentaires*, et a été soumise aux comités membres en juin 1981.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

ISO 6634:1982
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0c395f07-953b-4f6b-9f3f-477d03d2c3b1/iso-6634-1982

Afrique du Sud, Rép. d'	France	Pologne
Allemagne, R.F.	Hongrie	Portugal
Autriche	Inde	Roumanie
Brésil	Iran	Sri Lanka
Canada	Israël	Tanzanie
Corée, Rép. dém. p. de	Kenya	Tchécoslovaquie
Corée, Rép. de	Malaisie	Thaïlande
Égypte, Rép. arabe d'	Nouvelle-Zélande	Turquie
Espagne	Pays-Bas	Yougoslavie
Éthiopie	Philippines	

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

Australie

© **Organisation internationale de normalisation, 1982** ●

Imprimé en Suisse

Fruits, légumes et produits dérivés — Détermination de la teneur en arsenic — Méthode spectrophotométrique au diéthyldithiocarbamate d'argent

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination de la teneur en arsenic dans les fruits, les légumes et les produits dérivés.

2 Référence

ISO 5515, *Fruits, légumes et produits dérivés — Décomposition des matières organiques en vue de l'analyse — Méthode par voie humide.*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 6634:1982
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fic395f07-953b-4fbb-9f9f-477d03dacc3d/iso-6634-1982

3 Principe

Minéralisation d'une prise d'essai, réduction de l'arsenic(V) en arsenic(III) par le chlorure d'étain(II) et transformation de l'arsenic en hydrogène arsénié par action de l'hydrogène naissant. Formation d'un complexe de couleur rouge par action de l'hydrogène arsénié sur le diéthyldithiocarbamate d'argent et mesurage spectrophotométrique à une longueur d'onde de 520 nm.

4 Réactifs

Tous les réactifs doivent être de pureté analytique reconnue, et en particulier exempts d'arsenic, à l'exception de la solution étalon d'arsenic (4.9). 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} = 1,38 g/ml.

4.3 Acide perchlorique, ϱ_{20} = 1,67 g/ml.

4.4 Zinc platiné, préparé comme suit.

Placer un lot de zinc en grenaille dans une capsule, et verser un volume de solution de chlorure de platine à 0,05 g/l suffisant pour recouvrir le zinc. Laisser en contact durant 30 min, éliminer le liquide, laver à l'eau, essorer le zinc platiné sur un carré de papier buvard plié en plusieurs épaisseurs, et laisser sécher. Conserver en flacon sec.

Le zinc platiné ainsi préparé doit être soumis à l'essai préliminaire (voir 6.1.1).

NOTE — Du zinc en grenaille non platiné peut être utilisé s'il satisfait à l'essai préliminaire (6.1).

4.5 Hydroxyde de potassium, en pastilles.

4.6 Chlorure d'étain(II), solution préparée comme suit.

Attaquer à froid 20 g d'étain pur en grenaille par 100 ml d'acide chlorhydrique concentré (ϱ_{20} = 1,19 g/ml).

Conserver en présence d'étain métallique, à l'abri de l'air, dans un flacon muni d'un dispositif de sécurité (pour éviter les surpressions dues au dégagement d'hydrogène).

4.7 Iodure de potassium, solution à 100 g/l.

4.8 Hydroxyde de sodium, solution titrée, c(NaOH) = 1 mol/l.

4.9 Arsenic, solution étalon correspondant à 10 mg d'arsenic(V) par litre, préparée comme suit.

4.9.1 Dissoudre, dans un ballon de 500 ml, 264 mg de trioxyde d'arsenic pur et sec dans 10 ml de la solution d'hydroxyde de sodium (4.8), amener le volume à 100 ml environ avec de l'eau, ajouter 15 ml de solution d'acide chlorhydrique à 1 mol/l et deux gouttes de brome; porter à l'ébullition pour chasser l'excès de brome, refroidir, transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 200 ml et ajuster au trait repère avec de l'eau.

1 ml de cette solution contient 1 mg d'arsenic.

4.9.2 Prélever, à l'aide d'une pipette, 10 ml de la solution (4.9.1) et les introduire dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Ajuster au trait repère avec de l'eau.

1 ml de cette solution étalon contient 10 µg d'arsenic(V).

4.10 Diéthyldithiocarbamate d'argent, solution étalon préparée comme suit.[1)]

4.10.1 Dissoudre 3,4 g de nitrate d'argent dans 200 ml d'eau; refroidir cette solution à une température voisine de 10 °C.

4.10.2 Dissoudre 4,5 g de diéthyldithiocarbamate de sodium dans 200 ml d'eau; refroidir cette solution à la même température que la solution de nitrate d'argent (4.10.1).

4.10.3 Ajouter lentement, en agitant constamment, la solution de diéthyldithiocarbamate de sodium à la solution de nitrate d'argent; recueillir le précipité sur un creuset en verre fritté de porosité P 40, laver avec de l'eau préalablement refroidie à une température voisine de 10 °C, puis sécher sous pression réduite à la température ambiante, à l'abri de la lumière.

Dissoudre le diéthyldithiocarbamate d'argent séché dans de la pyridine refroidie. Ajouter à la solution de l'eau froide pour reprécipiter le produit. Filtrer le précipité et laver avec de l'eau refroidie jusqu'à élimination de toute trace de pyridine, ce qui peut être vérifié à l'aide de papier indicateur de pH : le pH de l'eau de rinçage ne doit pas être supérieur à 6,5. Sécher les cristaux jaune pâle de diéthyldithiocarbamate d'argent dans un dessiccateur sous pression réduite.

Les cristaux doivent être conservés au froid et à l'obscurité dans un flacon en verre à bouchon rodé.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

4.10.4 Dissoudre 0,4 g de L-éphédrine dans 200 ml environ de chloroforme, ajouter 0,6 g de cristaux de diéthyldithiocarbamate d'argent (4.10.3), agiter durant 15 à 20 min, filtrer, ajuster à 250 ml avec du chloroforme.

ISO 6634:1982
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0c395f07-953b-4f6b-9f3f-477d03dacc3d/iso-6634-1982

Ce réactif peut être conservé en flacon soigneusement bouché, à l'obscurité et en réfrigérateur, durant deux semaines.

4.11 Phénolphtaléine, solution éthanolique à 10 g/l.

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et notamment

5.1 Ballons à fond rond, de 1 000 ml de capacité.

5.2 Fioles jaugées, de 50 et 250 ml de capacités.

5.3 Béchers, de 50 ml de capacité.

5.4 Pipettes, de 1, 2, 5, 10, 20, 50 ml de capacités.

5.5 Burette.

5.6 Appareil pour le dosage de l'arsenic, un exemple est représenté sur la figure, comprenant :

5.6.1 Fiole conique, de 100 ml de capacité, munie d'un système de bouchage à assemblage à vis adaptable à la colonne 5.6.2.

5.6.2 Colonne, de 200 mm de hauteur et de 15 mm de diamètre, adaptable à la fiole (5.6.1) par sa base et portant à son sommet un assemblage à vis.

5.6.3 Tube à dégagement, de 4 mm de diamètre intérieur, coudé deux fois à angle droit à 80 mm de distance, adaptable à la colonne (5.6.2) par une extrémité et effilé à son extrémité opposée.

5.6.4 Barboteur, pouvant être constitué par une éprouvette de 10 ml de capacité graduée en 0,1 ml.

5.7 Spectrophotomètre, utilisable dans la région du spectre visible et permettant des mesurages d'absorbance à 520 nm, muni de cuves appropriées de 10 mm de parcours optique.

5.8 Balance analytique.

6 Mode opératoire

6.1 Essais préliminaires des réactifs[2)]

6.1.1 Vérification de la réactivité du zinc et de la solution de diéthyldithiocarbamate d'argent

6.1.1.1 Placer à la base de la colonne (5.6.2) de l'appareil (5.6) un tampon de laine de verre et garnir de pastilles d'hydroxyde de potassium (4.5) sur une hauteur de 6 à 8 cm. Adapter le tube à dégagement (5.6.3) à la colonne (5.6.2).

Plonger le tube à dégagement (5.6.3) dans le barboteur (5.6.4) dans lequel on a introduit 4 ml de la solution de diéthyldithiocarbamate d'argent (4.10). Refroidir le réactif en plaçant le barboteur dans un bain d'eau glacée.

6.1.1.2 Dans la fiole conique (5.6.1), introduire 0,5 ml de la solution étalon d'arsenic (4.9) et de l'eau en quantité suffisante pour porter le volume à 35 ml environ; ajouter 5 ml d'acide sulfurique (4.1), refroidir, ajouter 2 gouttes de la solution de chlorure d'étain(II) (4.6), puis 5 ml de la solution d'iodure de potassium (4.7). Laisser en contact 15 min, ajouter 5 g de zinc platiné (4.4) et boucher rapidement en adaptant la colonne (5.6.2) et le tube à dégagement (5.6.3).

Plonger la fiole conique dans un bain d'eau froide et placer l'ensemble de l'appareillage à l'obscurité.

1) Ce réactif existe également dans le commerce.

2) Ces essais ne sont à faire que lors de l'utilisation d'un nouveau lot de réactifs.

6.1.1.3 Laisser le dégagement se poursuivre durant 1 h au moins. Retirer le tube à dégagement (5.6.3). Si nécessaire, ajuster le volume à 4 ml dans le barboteur avec la solution de diéthyldithiocarbamate d'argent (4.10). Homogénéiser.

Mesurer au spectrophotomètre (5.7) à 520 nm l'absorbance de la solution contenue dans le barboteur, en utilisant la solution de diéthyldithiocarbamate d'argent (4.10) comme solution de référence. L'absorbance doit être au moins égale à 0,12.

6.1.2 Vérification de l'absence d'arsenic dans les réactifs

6.1.2.1 Préparer la colonne (5.6.2), le tube à dégagement (5.6.3) et le barboteur (5.6.4) de l'appareil (5.6), de la même manière que dans l'essai spécifié en 6.1.1.1.

6.1.2.2 Dans la fiole conique (5.6.1), introduire 35 ml d'eau et 5 ml d'acide sulfurique (4.1) et refroidir; ajouter 2 gouttes de la solution de chlorure d'étain(II) (4.6) et 5 ml de la solution d'iodure de potassium (4.7). Laisser en contact 15 min, ajouter 5 g de zinc platiné (4.4), boucher rapidement en adaptant la colonne (5.6.2) et le tube à dégagement (5.6.3) et placer l'ensemble de l'appareillage à l'obscurité.

Procéder comme décrit en 6.1.1.3.

L'absorbance par rapport à celle de la solution de référence (4.10) doit être inférieure à 0,015.

NOTE — L'absence d'arsenic dans les acides nitrique et perchlorique est vérifiée au moyen de l'essai à blanc (6.4).

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 6634:1982
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0e39d5e1-f7f9-9356-7f39-5b1
477d03dacc3d/iso-6634-1982

6.2 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 le restant au broyeur mécanique.

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

6.3 Prise d'essai

6.3.1 Produits liquides

Prélever, à l'aide d'une pipette, 50 ml de l'échantillon pour essai (6.2) et les introduire dans un ballon de 1 000 ml (5.1).

Si le liquide contient de l'éthanol, le chasser au préalable par ébullition et laisser refroidir.

6.3.2 Produits pâteux, ou solides, ou déshydratés

Peser, à 0,01 g près, une quantité de l'échantillon pour essai (6.2) correspondant à 50 à 100 g, exprimée en produits frais, selon la nature de l'échantillon et les introduire dans un ballon de 1 000 ml (5.1).

NOTE — Si l'échantillon est riche en matières organiques, la minéralisation sera plus longue et laborieuse et la quantité de la prise d'essai doit être minimale.

6.4 Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc en opérant dans les mêmes conditions que pour le dosage, mais en remplaçant la prise d'essai par 50 ml d'eau.

NOTE — L'essai à blanc n'est pas nécessaire si l'absence d'arsenic a été vérifiée dans les réactifs utilisés pour la minéralisation.

6.5 Minéralisation

Ajouter, au contenu du ballon, 10 ml d'acide sulfurique (4.1) et 20 à 30 ml d'acide nitrique (4.2) et, éventuellement, quelques gouttes d'acide perchlorique (4.3). Opérer comme décrit dans l'ISO 5515.

Lorsque la minéralisation est terminée, transvaser la solution dans une fiole jaugée de 50 ml (5.2), rincer le ballon avec de l'eau et utiliser les eaux de rinçage pour compléter au volume jusqu'au trait repère. Homogénéiser par agitation.

6.6 Titrage de l'acidité de la solution

Prélever, à l'aide d'une pipette, 2 ml de la solution obtenue en 6.5, les introduire dans un bécher de 50 ml (5.3), diluer avec quelques millilitres d'eau et titrer avec la solution d'hydroxyde de sodium (4.8) en présence de 2 gouttes de phénolphtaléine (4.11).

La concentration, C, en acide sulfurique de la solution obtenue en 6.5, exprimée en grammes par 100 ml, est égale à

$$0{,}049 \times n \times 50$$

où n est le volume, en millilitres, de la solution d'hydroxyde de sodium (4.8) utilisée,

ou, exprimée en millilitres d'acide sulfurique (ϱ_{20} = 1,84 g/ml) pour 100 ml de solution

$$C' = \frac{C}{1{,}84}$$

6.7 Dosage colorimétrique

6.7.1 Préparer la colonne (5.6.2), le tube à dégagement (5.6.3) et le barboteur (5.6.4) de l'appareil (5.6) comme indiqué en 6.1.1.1.

6.7.2 Introduire, dans la fiole conique (5.6.1), un volume V de la solution obtenue en 6.5, correspondant à 5 ml d'acide sulfurique pur, calculé à l'aide de la formule

$$V = \frac{5 \times 100}{C'}$$

Compléter avec de l'eau si nécessaire, de manière à porter le volume à 40 ml environ. Laisser refroidir.

Ajouter 2 gouttes de la solution de chlorure d'étain(II) (4.6) et 5 ml de la solution d'iodure de potassium (4.7). Laisser en con-

tact 15 min. Ajouter 5 g de zinc platiné (4.4) au contenu de la fiole conique (5.6.1). Boucher rapidement la fiole en adaptant la colonne (5.6.2) et le tube de dégagement (5.6.3) et placer l'ensemble de l'appareillage à l'obscurité, la fiole conique étant plongée dans un bain d'eau froide.

6.7.3 Laisser le dégagement se poursuivre durant au moins 1 h. Retirer le tube à dégagement. Ajuster le volume dans le barboteur à 4 ml avec la solution de diéthyldithiocarbamate d'argent (4.10).

Mesurer au spectrophotomètre (5.7) l'absorbance à 520 nm de la solution obtenue, en utilisant la solution de l'essai à blanc (6.4) ou la solution de diéthyldithiocarbamate d'argent (4.10), selon le cas, comme solution de référence.

6.8 Courbe d'étalonnage

Suivre le mode opératoire décrit en 6.1.1 en utilisant 0,5 – 1 – 1,5 et 2 ml de la solution étalon d'arsenic (4.9.2) correspondant à 5 – 10 – 15 et 20 µg d'arsenic, et tracer une courbe d'étalonnage donnant, par exemple, la masse d'arsenic, en microgrammes, en abscisse, et les valeurs correspondantes de l'absorbance, en ordonnée.

7 Expression des résultats

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

7.1 Mode de calcul et formules

7.1.1 Cas des produits liquides

ISO 6634:1982
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0c395f07-953b-4f6b-9f3f-477d03dacc3d/iso-6634-1982

La teneur en arsenic, exprimée en milligrammes par litre de produit tel quel, est égale à

$$\frac{m_1}{V}$$

où

m_1 est la masse d'arsenic, exprimée en microgrammes, lue sur la courbe d'étalonnage (6.8), à partir de l'absorbance obtenue en 6.7.3;

V est le volume, en millilitres, de solution prélevée pour le dosage en 6.7.2.

7.1.2 Cas des produits pâteux, ou solides, ou déshydratés

La teneur en arsenic, exprimée en milligrammes par kilogramme de produit tel quel, est égale à

$$\frac{m_1 \times 50}{V \times m_0}$$

où

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai (6.3.2);

m_1 est la masse d'arsenic, exprimée en microgrammes, lue sur la courbe d'étalonnage (6.8), à partir de l'absorbance obtenue en 6.7.3;

V est le volume, en millilitres, de solution prélevée pour le dosage en 6.7.2.

Si l'on désire exprimer la teneur en arsenic par rapport au produit sec, il y a lieu d'en tenir compte dans les calculs.

7.2 Répétabilité

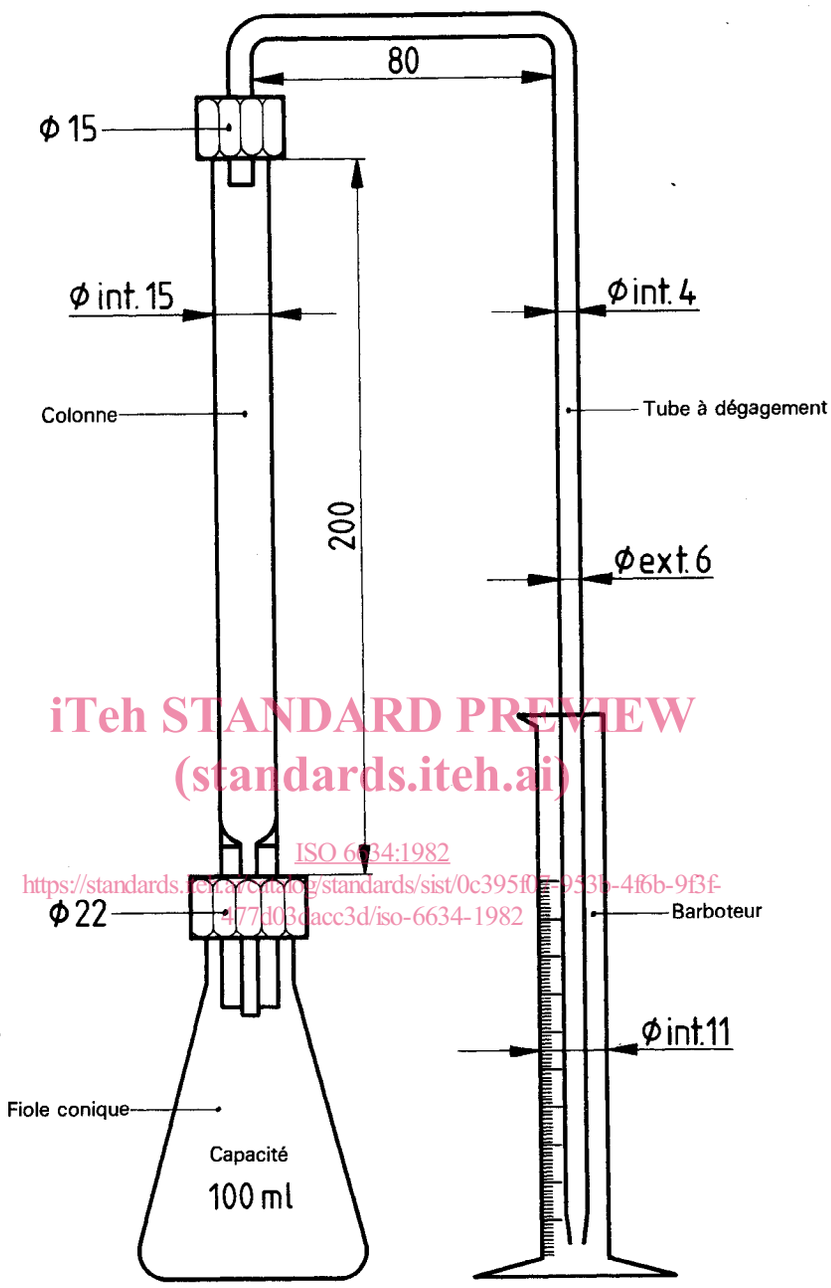
La différence entre les résultats de deux déterminations, effectuées simultanément ou rapidement l'une après l'autre par le même analyste, sur le même échantillon, ne doit pas dépasser 10 % en valeur relative.

8 Procès-verbal d'essai

Le procès-verbal d'essai doit indiquer la méthode utilisée et les résultats obtenus. Il doit, en outre, indiquer clairement le mode d'expression utilisé et 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.

Dimensions en millimètres



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 6634:1982
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0c395f07-953b-4f6b-9f3f-477d03dacc3d/iso-6634-1982

Figure — Exemple d'appareil pour le dosage de l'arsenic (5.6)

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6634:1982
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0c395f07-953b-4f6b-9f3f-477d03dacc3d/iso-6634-1982