
Norme internationale



6636/1

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

**Fruits, légumes et produits dérivés — Détermination de la teneur en zinc —
Partie 1 : Méthode polarographique**

Fruits, vegetables and derived products — Determination of zinc content — Part 1 : Polarographic method

Première édition — 1986-04-15

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6636-1:1986

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6b33c07d-43c1-4dc2-9395-3ae365f811a5/iso-6636-1-1986>

CDU 635.1/.6 : 543.253 : 546.47

Réf. n° : ISO 6636/1-1986 (F)

Descripteurs : produit agricole, fruit, légume, produit dérivé des fruits et légumes, analyse chimique, dosage, zinc, méthode polarographique.

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 créé à cet effet. 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. Les Normes internationales sont approuvées conformément aux procédures de l'ISO qui requièrent l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 6636/1 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits agricoles alimentaires*.

ISO 6636-1:1986

L'attention des utilisateurs est attirée sur le fait que toutes les Normes internationales sont de temps en temps soumises à révision et que toute référence faite à une autre Norme internationale dans le présent document implique qu'il s'agit, sauf indication contraire, de la dernière édition.

Fruits, légumes et produits dérivés — Détermination de la teneur en zinc —

Partie 1 : Méthode polarographique

1 Objet et domaine d'application

La présente partie de l'ISO 6636 spécifie une méthode polarographique de détermination de la teneur en zinc des fruits, des légumes et des produits dérivés.

NOTE — L'ISO 6636/2 spécifie une méthode par spectrométrie d'absorption atomique et l'ISO 6636/3 une méthode par spectrométrie à la dithizone.

Le cuivre, l'étain, le plomb et le cadmium n'interfèrent pas avec la détermination.

2 Référence

ISO 874, *Fruits et légumes en l'état — Échantillonnage*.

3 Principe

Incinération d'une prise d'essai dans un four à moufle à 525 ± 25 °C. Traitement des cendres obtenues par une solution d'acide chlorhydrique. Neutralisation avec une solution d'ammoniaque à 25 % (m/m) et détermination de la teneur en zinc par polarographie en utilisant un électrolyte au chlorure d'ammonium/ammoniaque.

4 Réactifs

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

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

4.2 Acide chlorhydrique, dilué 1 + 1.

Diluer 1 volume d'acide chlorhydrique concentré ($\rho_{20} = 1,19$ g/ml) avec 1 volume d'eau.

4.3 Ammoniaque, solution à 25 % (m/m).

4.4 Électrolyte, solution.

Dissoudre 53,5 g de chlorure d'ammonium dans de l'eau dans une fiole jaugée à un trait de 1 000 ml, ajouter 155 ml de solution d'ammoniaque (4.3), diluer au trait repère avec de l'eau et mélanger.

4.5 Sulfite de sodium (Na_2SO_3), solution à 1 mol/l.

4.6 Zinc, solution étalon correspondant à 0,01 — 0,04 mg de Zn par millilitre.

4.6.1 Solution mère

Dissoudre 1 g de zinc métallique pur [pureté d'au moins 99 % (m/m)] dans 10 ml d'acide chlorhydrique (3.2) dans une fiole conique. Transvaser la solution quantitativement dans une fiole jaugée à un trait de 1 000 ml, ajuster au trait repère avec de l'eau et mélanger.

4.6.2 Préparation

Diluer avec de l'eau de 1 à 4 ml de solution mère de zinc (4.6.1) dans une fiole jaugée à un trait de 100 ml, et ajuster au trait repère puis mélanger.

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et notamment

5.1 Polarographe, convenant notamment pour la détermination de teneurs en zinc supérieures à 0,05 mg/kg, muni d'une électrode à gouttes de mercure comme cathode et d'un électrolyseur avec mercure au fond comme anode.

5.2 Étuve, réglable de 100 à 150 °C, avec une tolérance de ± 5 °C.

5.3 Four à moufle, réglable de 100 à 700 °C, avec une tolérance de ± 25 °C.

5.4 Capsules en porcelaine, de 9 à 11 cm de diamètre.

5.5 Fioles jaugées à un trait, de 50 ml de capacité.

5.6 Pipettes graduées, de 1 et 10 ml de capacité.

5.7 Fiole conique, de 25 ml de capacité.

5.8 Balance analytique.

5.9 Bain d'eau bouillante.

6 Échantillonnage

Pour l'échantillonnage des fruits et légumes en l'état, voir ISO 874.

Homogénéiser soigneusement l'échantillon pour laboratoire avant de prélever la prise d'essai. Laisser décongeler les produits congelés ou surgelés dans un récipient fermé et mélanger le liquide formé durant la décongélation avec le produit, au cours de l'homogénéisation.

7 Mode opératoire

7.1 Prise d'essai

Peser, à 0,01 g près, 10 à 25 g de l'échantillon pour essai selon la teneur présumée en zinc et les introduire dans l'une des capsules en porcelaine (5.4).

7.2 Minéralisation

7.2.1 Placer la capsule contenant la prise d'essai (7.1) dans l'étuve (5.2) et sécher à une température de 110 à 120 °C. Puis la transférer dans le four à moufle (5.3) maintenu à 250 °C. Porter lentement la température à 350 °C et maintenir cette température jusqu'à ce qu'il n'y ait plus de mousse. Élever la température graduellement à 525 °C (la prise d'essai ne doit pas s'enflammer) et incinérer pendant 6 h. Enlever la capsule du four à moufle et la laisser refroidir. Si la cendre contient une grande quantité de particules charbonneuses, procéder comme suit :

Mouiller la cendre avec 0,5 ml d'eau, puis avec 0,5 ml d'acide nitrique (4.1).

Évaporer à sec sur un bain d'eau bouillante. Transférer au four à moufle maintenu à 250 °C, élever la température à 525 °C et continuer de chauffer pendant 1 à 2 h. Répéter ce procédé, si nécessaire, jusqu'à ce que la cendre soit exempte de particules charbonneuses.

7.2.2 Ajouter à la cendre 10 ml d'acide chlorhydrique (4.2) et la placer sur le bain d'eau bouillante pour faciliter la dissolution. Laisser refroidir.

7.2.3 Transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 50 ml (5.5) et laver les parois de la capsule avec 5 à 10 ml d'eau en recueillant les eaux de lavage dans la même fiole jaugée.

7.2.4 Ajouter la solution d'ammoniacque (4.3) à la solution jusqu'à apparition de l'odeur d'ammoniacque (pH 8). Ajouter ensuite un excès jusqu'à obtention d'un pH de 10. Ajuster au trait repère avec de l'eau, mélanger et filtrer.

7.3 Essai à blanc

Effectuer, parallèlement au dosage, un essai à blanc suivant le même mode opératoire, en utilisant les mêmes quantités de tous les réactifs, mais en remplaçant la prise d'essai par une masse égale d'eau.

7.4 Détermination

7.4.1 Transvaser, à l'aide d'une pipette, deux parties aliquotes de 8 ml de la solution filtrée (7.2.4) dans deux fioles coniques (5.7).

7.4.2 Ajouter 1 ml de la solution de sulfite de sodium (4.5) et 1 ml d'eau au contenu d'une des fioles coniques et compléter à 25 ml avec la solution d'électrolyte (4.4). Mélanger soigneusement.

Transvaser la solution dans l'électrolyseur du polarographe en le rinçant préalablement avec une petite quantité de la solution d'essai.

7.4.3 Effectuer le mesurage polarographique entre -1,0 et -1,6 V, conformément aux instructions du fabricant. Régler la sensibilité selon la teneur présumée en zinc. Le réglage variera d'un appareil à l'autre. Le potentiel de demi-onde, $E_{1/2}$, pour le zinc est approximativement de -1,2 V. La vitesse d'écoulement du mercure doit être de 10 gouttes par 25 à 30 s.

7.4.4 Après l'enregistrement du premier polarogramme, vider l'électrolyseur et avant de le réutiliser de nouveau, le laver avec de petites quantités de la solution d'essai suivante.

7.4.5 Au contenu de la deuxième fiole jaugée, ajouter 1 ml de la solution de sulfite de sodium (4.5) et un volume connu de la solution étalon de zinc (4.6) dont le volume ne doit pas excéder 1 ml. Compléter à 25 ml avec la solution d'électrolyte (4.4). Procéder comme spécifié en 7.4.2. Répéter deux fois encore ce mode opératoire, avec des additions similaires de solution étalon de zinc, pour obtenir la teneur en zinc par extrapolation. Corriger cette valeur du résultat de l'essai à blanc.

7.5 Nombre de déterminations

Effectuer deux déterminations sur des prises d'essai provenant du même échantillon pour essai.

8 Expression des résultats

8.1 Calcul

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

$$\frac{\rho_{Zn} V_4 h_1 V_1 V_0 \times 1\,000}{(h_2 V_2 - h_1 V_1) m V_3}$$

où

h_1 est la hauteur, en millimètres, de l'onde polarographique obtenue pour la première mesure (voir 7.4.3);

h_2 est la hauteur, en millimètres, de l'onde polarographique obtenue pour la deuxième mesure (voir 7.4.5);

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai (7.1);

V_0 est le volume total, en millilitres, de la solution préparée à partir de la prise d'essai incinérée (voir 7.2.4);

V_1 est le volume, en millilitres, de la solution préparée pour la première mesure (voir 7.4.2);

V_2 est le volume, en millilitres, de la solution préparée pour la deuxième mesure (voir 7.4.5);

V_3 est le volume, en millilitres, de la partie aliquote prélevée pour la préparation de la solution en vue de l'analyse (voir 7.4.1);

V_4 est le volume, en millilitres, de la solution étalon de zinc ajoutée (voir 7.4.5);

ρ_{Zn} est la concentration, en milligrammes par millilitre, de la solution étalon de zinc (4.6).

Prendre comme résultat la moyenne arithmétique des deux valeurs obtenues dans les deux déterminations (7.5), si la condition de répétabilité (voir 8.2) est remplie.

Exprimer le résultat à une décimale près.

8.2 Répétabilité

La différence entre les résultats des deux déterminations (7.5) effectuées simultanément ou rapidement l'une après l'autre dans les mêmes conditions (même opérateur, même appareillage, même laboratoire) ne doit pas dépasser 5 % de la moyenne.

9 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.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6636-1:1986

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6b33c07d-43c1-4dc2-9395-3ae365f811a5/iso-6636-1-1986>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6636-1:1986

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6b33c07d-43c1-4dc2-9395-3ae365f811a5/iso-6636-1-1986>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6636-1:1986

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6b33c07d-43c1-4dc2-9395-3ae365f811a5/iso-6636-1-1986>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6636-1:1986

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6b33c07d-43c1-4dc2-9395-3ae365f811a5/iso-6636-1-1986>