
Norme internationale



6636/2

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

**Fruits, légumes et produits dérivés — Détermination de la teneur en zinc —
Partie 2 : Méthode par spectrométrie d'absorption atomique**

Fruits, vegetables and derived products — Determination of zinc content — Part 2 : Atomic absorption spectrometric method

Première édition — 1981-10-15

ITEH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 6636-2:1981](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5af11726-1558-46d0-bdf5-96ca1ad8ba0f/iso-6636-2-1981)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5af11726-1558-46d0-bdf5-96ca1ad8ba0f/iso-6636-2-1981>

CDU 634/635 : 543.42 : 546.47

Réf. n° : ISO 6636/2-1981 (F)

Descripteurs : produit agricole, produit alimentaire, fruit, légume, essai, dosage, zinc, méthode spectroscopique d'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 6636/2 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits agricoles alimentaires*, et a été soumise aux comités membres en décembre 1979.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée : [ISO 6636-2:1981](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5af11726-1558-46d0-bdf5-96ca1ad8ba0f/iso-6636-2-1981)
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5af11726-1558-46d0-bdf5-96ca1ad8ba0f/iso-6636-2-1981>

Afrique du Sud, Rép. d'	Éthiopie	Pologne
Allemagne, R. F.	France	Portugal
Australie	Hongrie	Roumanie
Autriche	Inde	Tchécoslovaquie
Brésil	Irlande	Thaïlande
Bulgarie	Israël	Turquie
Canada	Italie	URSS
Corée, Rép. de	Nouvelle-Zélande	Yougoslavie
Espagne	Pays-Bas	

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

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

Partie 2 : Méthode par spectrométrie d'absorption atomique

1 Objet et domaine d'application

La présente partie de l'ISO 6636 spécifie une méthode par spectrométrie d'absorption atomique, pour la détermination de la teneur en zinc des fruits, des légumes et des produits dérivés.

2 Références

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

ISO 5516, *Fruits, légumes et produits dérivés — Décomposition des matières organiques en vue de l'analyse — Méthode par incinération.*

3 Principe

Décomposition des matières organiques par voie sèche ou par voie humide et dosage du cation Zn^{2+} par spectrométrie d'absorption atomique.

NOTE — Dans le cas de la minéralisation par voie sèche, la dissolution des cendres dans l'acide chlorhydrique permet la transformation de tous les sels minéraux à l'état de chlorures facilement dissociables.

Pour certains échantillons liquides (tels que vins, jus de fruits limpides, exempts de pulpe), le dosage peut être effectué directement, sans minéralisation préalable.

4 Réactifs

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique reconnue et, en particulier, être exempts de zinc. 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 nitrique, $\rho_{20} = 1,38$ g/ml.

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

4.3 Acide chlorhydrique, dilué 1 + 1 (en volume).

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

4.4 Acide chlorhydrique, solution à environ 3,7 g/l.

Dans une fiole jaugée de 1 000 ml, introduire 8,3 ml d'acide chlorhydrique concentré ($\rho_{20} = 1,19$ g/ml), ajuster au trait repère avec de l'eau et homogénéiser.

4.5 Zinc, solution étalon correspondant à 1 g de zinc par litre.

Dans une fiole conique, introduire 1 g de zinc pur et le dissoudre dans 10 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.3). Transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 1 000 ml, ajuster au trait repère avec de l'eau et homogénéiser.

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

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire non spécifié par ailleurs, et notamment :

5.1 Broyeur mécanique, à revêtement intérieur et palettes en polyéthylène.

5.2 Capsules, en platine ou en quartz, de 70 mm de diamètre, ou **fioles de Kjeldahl**, de 250 ml de capacité.

5.3 Fioles jaugées, de 50 ml de capacité.

5.4 Pipettes jaugées, de capacités appropriées.

5.5 Centrifugeuse.

5.6 Bain d'eau bouillante.

5.7 Dispositif de chauffage.

5.8 Four à moufle électrique, réglable à 525 ± 25 °C.

5.9 Four électrique, réglable à moins de 100 °C et à 525 ± 25 °C, et de préférence programmable entre 20 et 550 °C.

5.10 Spectromètre d'absorption atomique, équipé d'un brûleur alimenté par de l'air et de l'acétylène à un débit prédé-

ISO 6636-2:1981
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/si/5a152110-1410-bd5-96ca1ad8ba0f/iso-6636-2-1981>

terminé (en général 4 ml/min) correspondant au débit de pulvérisation optimal spécifié, permettant des mesurages à une longueur d'onde de 213,8 nm.

5.11 Balance analytique.

6 Mode opératoire

6.1 Préparation de l'échantillon pour essai

Rendre bien homogène l'échantillon pour laboratoire. Si nécessaire, retirer au préalable les noyaux et les loges carpellaires, et passer au broyeur mécanique (5.1).

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.

6.2 Prise d'essai

6.2.1 Produits liquides

Prélever, à l'aide d'une pipette (5.4), 10 ml de l'échantillon pour essai (6.1). Dans le cas des liquides visqueux ou contenant des particules solides en suspension, peser la prise d'essai (voir 6.2.2).

6.2.2 Produits pâteux ou solides et produits déshydratés

Peser, à 0,01 g près, 5 à 10 g (masse exprimée en produit frais) de l'échantillon pour essai (6.1), selon la nature du produit.

6.3 Minéralisation

La minéralisation peut être effectuée soit par voie sèche, soit par voie humide.

6.3.1 Minéralisation par voie sèche

Introduire la prise d'essai (6.2) dans une capsule (5.2) et porter sur le bain d'eau bouillante (5.6) en modulant la température du bain de manière à limiter les risques de pertes par projections. Évaporer jusqu'à siccité. Poursuivre la minéralisation dans le four à moufle (5.8) à température programmée à 525 ± 25 °C.

NOTE — Si ceci est possible, il est préférable d'éviter l'évaporation sur bain d'eau bouillante et de placer la capsule directement dans le four électrique (5.9) dont la température peut être programmée de 20 à 525 ± 25 °C, par paliers progressifs, de manière à éviter les projections au cours de la dessiccation de la prise d'essai.

Reprendre les cendres par quelques gouttes d'acide nitrique (4.1), évaporer sur le bain d'eau bouillante (5.6), puis transférer dans le four (5.9) réglé à 525 ± 25 °C (ou réglé d'abord à une température inférieure à 100 °C et ensuite à 525 ± 25 °C). Transférer dans le four à moufle (5.8) à température programmée à 525 ± 25 °C et laisser séjourner jusqu'à obtention de cendres blanches. Dissoudre les cendres dans 1 à 2 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.3). Entraîner quantitativement le contenu de la capsule dans un tube à centrifuger (5.5), en rinçant la capsule à l'aide d'environ 20 ml de la solution d'acide

chlorhydrique (4.4); centrifuger, prélever le liquide surnageant et l'introduire dans une fiole jaugée de 50 ml (5.3). Reprendre le culot de centrifugation par 10 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.4), centrifuger, prélever le liquide surnageant et l'introduire dans la même fiole. Recommencer cette opération avec 10 ml d'eau et ajuster au trait repère avec de l'eau. Homogénéiser la solution.

6.3.2 Minéralisation par voie humide

Introduire la prise d'essai (6.2) dans une fiole de Kjeldahl (5.2). Si la prise d'essai (6.2.1) contient de l'éthanol, le chasser au préalable par ébullition et laisser refroidir. Ajouter 10 ml d'acide nitrique (4.1), chauffer, puis ajouter avec précaution 5 ml d'acide sulfurique (4.2).

Dans certains cas, il peut être utile de procéder à une attaque préliminaire, en laissant le mélange au contact dans le ballon durant un certain laps de temps (par exemple une nuit).

Placer le ballon contenant le mélange sur le dispositif de chauffage (5.7), chauffer avec précaution afin d'éviter une formation excessive de mousse.

Si ceci est nécessaire, interrompre le chauffage et ne le reprendre que lorsque la réaction violente a cessé.

Dès que possible, porter à ébullition jusqu'à ce que la solution commence à brunir légèrement. Ajouter alors, goutte à goutte, de l'acide nitrique (4.1) par fractions de 1 à 2 ml.

Après chaque addition, porter à ébullition, en évitant de chauffer trop fort. Il doit toujours rester, dans le mélange, une petite quantité d'acide nitrique, ce qui est indiqué par la présence de vapeurs nitreuses.

Cesser l'apport d'acide nitrique lorsque la solution ne brunit plus par addition de cet acide. Poursuivre le chauffage jusqu'à apparition de fumées blanches qui indiquent que la solution est fortement sulfurique et dépourvue d'acide nitrique. Si la solution brunit de nouveau, reprendre l'addition d'acide nitrique et recommencer les opérations, comme ci-dessus, jusqu'à ce que ce phénomène ne se produise plus.

Laisser refroidir la solution. Une absence de coloration ou une coloration légèrement verte au jaune confirme que la minéralisation est terminée.

Lorsque la minéralisation est terminée, diluer la solution sulfurique avec quelques millilitres d'eau. Entraîner quantitativement le contenu de la fiole dans un tube à centrifuger (5.5), en rinçant la fiole à l'aide d'environ 10 ml d'eau et en recueillant les eaux de rinçage dans le tube à centrifuger; centrifuger, prélever le liquide surnageant et l'introduire dans une fiole jaugée de 50 ml (5.3). Reprendre le culot de centrifugation par 10 ml d'eau, centrifuger, prélever le liquide surnageant et l'introduire dans la même fiole. Recommencer cette opération avec 10 ml d'eau et ajuster au trait repère avec de l'eau. Homogénéiser la solution.

6.3.3 Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc en opérant dans les mêmes conditions que pour l'essai de minéralisation (6.3.1 ou 6.3.2 selon le cas), mais en remplaçant la prise d'essai (6.2) par 10 ml d'eau.

6.4 Détermination¹⁾

6.4.1 Détermination sur la solution de l'échantillon minéralisé par voie sèche

6.4.1.1 Tracé de la courbe d'étalonnage

Préparer à partir de la solution étalon de zinc (4.5), par dilutions successives avec la solution d'acide chlorhydrique (4.4), quatre solutions contenant 0,25 — 0,5 — 1 — 1,5 mg de zinc par litre.

Pulvériser successivement chacune de ces solutions dans la flamme du spectromètre (5.10), en opérant avec un débit de pulvérisation tel qu'on obtienne une valeur maximale de l'absorbance pour la solution ayant une teneur en zinc de 1,5 mg/l. Noter les absorbances respectives et tracer la courbe d'étalonnage.

6.4.1.2 Mesurage spectrophotométrique

Pulvériser dans la flamme du spectromètre (5.10), en adoptant le même débit de pulvérisation qu'en 6.4.1.1, la solution d'essai (6.3.1) et la solution de l'essai à blanc (6.3.3). Noter les absorbances respectives.²⁾

L'absorbance de la solution de l'essai à blanc doit être inférieure ou égale à 0,002.

6.4.2 Détermination sur la solution de l'échantillon minéralisé par voie humide

6.4.2.1 Tracé de la courbe d'étalonnage

Préparer à partir de la solution étalon de zinc (4.5), par dilutions successives avec de l'eau, quatre solutions contenant 2,5 — 5 — 10 et 15 mg de zinc par litre.

Dans une série de quatre fioles jaugées de 50 ml (5.3), introduire respectivement 5 ml de chacune de ces solutions. Ajouter 30 à 35 ml d'eau, puis 5 ml d'acide sulfurique (4.2). Homogénéiser, laisser refroidir, ajuster au trait repère avec de l'eau. Homogénéiser. Ces solutions contiennent respectivement 0,25 — 0,5 — 1 et 1,5 mg de zinc par litre.

Pulvériser successivement chacune de ces solutions dans la flamme du spectromètre (5.10), en opérant avec un débit de pulvérisation tel qu'on obtienne une valeur maximale de l'absorbance pour la solution ayant une teneur en zinc de 1,5 mg/l. Noter les absorbances respectives et tracer la courbe d'étalonnage.

6.4.2.2 Mesurage spectrophotométrique

Pulvériser dans la flamme du spectromètre (5.10), en adoptant le même débit de pulvérisation qu'en 6.4.2.1, la solution d'essai (6.3.2) et la solution de l'essai à blanc (6.3.3). Noter les absorbances respectives.³⁾

L'absorbance de la solution de l'essai à blanc doit être inférieure ou égale à 0,002.

7 Expression des résultats

7.1 Mode de calcul et formules

7.1.1 Produits liquides

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

$$(c_1 - c_2) \times 5$$

où

c_1 est la teneur en zinc de l'échantillon, exprimée en milligrammes par litre, lue sur la courbe d'étalonnage;⁴⁾

c_2 est la teneur en zinc de la solution de l'essai à blanc, exprimée en milligrammes par litre, lue sur la courbe d'étalonnage.

7.1.2 Produits liquides visqueux ou non homogènes, ou produits pâteux, ou solides, ou déshydratés

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

$$\frac{(c_1 - c_2) \times 50}{m}$$

où

c_1 est la teneur en zinc de l'échantillon, exprimée en milligrammes par litre, lue sur la courbe d'étalonnage;⁴⁾

c_2 est la teneur en zinc de la solution de l'essai à blanc, exprimée en milligrammes par litre, lue sur la courbe d'étalonnage;

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai.

1) Il est également possible d'utiliser les solutions obtenues par application de l'ISO 5515 ou de l'ISO 5516, à condition de prendre les précautions nécessaires pour éviter la présence de zinc dans les réactifs.

2) Si l'absorbance de la solution d'essai est supérieure à celle de la solution la plus concentrée de la gamme, mesurer l'absorbance sur la solution d'essai convenablement diluée avec la solution d'acide chlorhydrique (4.4).

3) Si l'absorbance de la solution d'essai est supérieure à celle de la solution la plus concentrée de la gamme, mesurer l'absorbance sur la solution d'essai convenablement diluée avec une solution d'acide sulfurique à 10 % (V/V).

4) Si la solution d'essai a été diluée, tenir compte dans le calcul du facteur de dilution.

Si l'on désire rapporter la teneur en zinc au produit sec, tenir compte dans le calcul de l'humidité de l'échantillon.

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, 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 les résultats.

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 6636-2:1981

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5af11726-1558-46d0-bd5-96ca1ad8ba0f/iso-6636-2-1981>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6636-2:1981

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5af11726-1558-46d0-bdf5-96ca1ad8ba0f/iso-6636-2-1981>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6636-2:1981

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5af11726-1558-46d0-bdf5-96ca1ad8ba0f/iso-6636-2-1981>