

---

Norme internationale



6636/3

---

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

---

**Produits dérivés des fruits et légumes — Détermination de la teneur en zinc —  
Partie 3 : Méthode spectrométrique à la dithizone**

*Fruit and vegetable products — Determination of zinc content — Part 3 : Dithizone spectrometric method*

Première édition — 1983-12-01

**(standards.iteh.ai)**

[ISO 6636-3:1983](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b174c278-b51e-49b4-9911-0fbba8af497b/iso-6636-3-1983)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b174c278-b51e-49b4-9911-0fbba8af497b/iso-6636-3-1983>

---

CDU 634.1/635.6 : 543.42 : 546.47

Réf. n° : ISO 6636/3-1983 (F)

Descripteurs : produit dérivé des fruits et légumes, essai, dosage, zinc, méthode spectrophotométrique.

Prix basé sur 3 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 6636/3 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits agricoles alimentaires*, et a été soumise aux comités membres en avril 1982.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

Afrique du Sud, Rép. d'	Iran	Portugal
Allemagne, R. F.	Iraq	Roumanie
Autriche	Kenya	Sri Lanka
Canada	Malaisie	Tanzanie
Corée, Rép. dém. p. de	Nouvelle-Zélande	Tchécoslovaquie
Espagne	Pérou	Turquie
Hongrie	Philippines	URSS
Inde	Pologne	Yougoslavie

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

Pays-Bas

# Produits dérivés des fruits et légumes – Détermination de la teneur en zinc –

## Partie 3 : Méthode spectrométrique à la dithizone

### 1 Objet et domaine d'application

La présente partie de l'ISO 6636 spécifie une méthode spectrométrique à la dithizone pour la détermination de la teneur en zinc dans les produits dérivés des fruits et légumes.

### 2 Référence

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

### 3 Principe

Décomposition des matières organiques, neutralisation de la solution obtenue et addition de solution de dithizone (diphényl-1,5 thiocarbazone). Extraction du complexe de zinc ainsi formé à l'aide de chloroforme et mesure spectrométrique de l'absorbance de l'extrait obtenu à une longueur d'onde de 538 nm.

### 4 Réactifs

Tous les réactifs utilisés doivent être de qualité analytique reconnue et, en particulier, être exempts de zinc à l'exception des solutions étalons de zinc (4.8 et 4.9). L'eau utilisée doit être de l'eau bidistillée ou de l'eau de pureté au moins équivalente.

**4.1 Acide sulfurique**, solution à 25 % (V/V).

**4.2 Ammoniaque**, solution à 25 % (V/V).

**4.3 Rouge de phénol**, solution d'indicateur.

Dans un mortier, dissoudre 0,1 g de phénolsulfonephtaléine dans 2,85 ml d'une solution d'hydroxyde de sodium à 0,1 mol/l, et diluer à 100 ml avec de l'eau.

**4.4 Acétate de sodium trihydraté**, solution à 100 g/l.

**4.5 Thiosulfate de sodium**, solution à 250 g/l.

**4.6 Acide chlorhydrique**, concentré,  $\rho_{20} = 1,19$  g/ml.

**4.7 Chloroforme.**

**4.8 Zinc**, solution étalon correspondant à 500  $\mu\text{g}$  de zinc par millilitre.

Dans une fiole jaugée de 1 000 ml, dissoudre 0,500 g de zinc pur granulé dans 20 ml de l'acide chlorhydrique concentré (4.6) et compléter au trait repère avec de l'eau.

**4.9 Zinc**, solution étalon correspondant à 5  $\mu\text{g}$  de zinc par millilitre.

Dans une fiole de 1 000 ml, compléter 10 ml de la solution étalon de zinc (4.8) au trait repère avec de la solution d'acide chlorhydrique (4.10).

Cette solution doit être préparée extemporanément.

**4.10 Acide chlorhydrique**, solution à 0,04 mol/l.

**4.11 Diphényl-1,5 thiocarbazone (dithizone)**, solution.

Dissoudre 0,2 g de dithizone dans 100 ml de chloroforme (4.7).

**4.12 Diphényl-1,5 thiocarbazone (dithizone)**, solution pour l'extraction.

Diluer 1,0 ml de la solution de dithizone (4.11) à 100 ml avec du chloroforme (4.7).

### 5 Appareillage

NOTE — Les traces de contamination peuvent donner avec la solution de dithizone une forte valeur pour l'essai à blanc, et c'est pourquoi il est nécessaire de rincer l'appareillage utilisé avec la solution de dithizone.

Matériel courant de laboratoire, et

**5.1 Fioles jaugées**, de 15, 50, 100, 500 et 1 000 ml de capacités.

**5.2 Ampoules à décanter**, de 250 ml de capacité.

**5.3 Spectromètre**, permettant des mesures à une longueur d'onde de 538 nm avec des cuves de 1 cm de parcours optique.

## 6 Mode opératoire

### 6.1 Préparation de l'échantillon pour essai

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 réincorporer le liquide formé durant la décongélation au cours de l'homogénéisation.

### 6.2 Prise d'essai

Peser, à 0,01 g près, 5 à 10 g de l'échantillon pour essai (6.1), selon la teneur présumée en zinc.

### 6.3 Destruction des matières organiques

Utiliser le mode opératoire spécifié dans l'ISO 5515.

NOTE — Avant la destruction des matières organiques, l'échantillon doit, si nécessaire, être moulu et tamisé dans un appareillage exempt d'alliages de zinc et/ou de cuivre.

### 6.4 Détermination

Selon la teneur présumée en zinc, diluer la solution obtenue (voir 6.3) à 50 ou 100 ml dans une fiole jaugée. Introduire 1 à 10 ml de cette solution dans l'une des ampoules à décanter (5.2) et diluer à 20 ml avec de l'eau.

Effectuer les opérations suivantes en lumière tamisée.

Ajouter 2 gouttes de la solution d'indicateur au rouge de phénol (4.3) et alcaliniser avec de la solution d'ammoniaque (4.2) jusqu'à ce que la couleur vire du jaune au rouge (pH 7,8 à 8,3). Refroidir la solution tiède sous l'eau courante, en enlevant et remettant de temps en temps le bouchon de l'ampoule à décanter.

Ajouter à la solution refroidie, 1 ml de la solution de thiosulfate de sodium (4.5) et 15 ml de la solution d'acétate de sodium (4.4). Ajouter, goutte à goutte, 3 ml de la solution de dithizone pour l'extraction (4.12). Agiter vigoureusement durant 3 min après l'introduction de la dithizone.

Laisser reposer jusqu'à séparation des couches. Si la couleur de la couche organique est blanche, l'extraction est terminée. Si la couleur de la couche organique est rouge, poursuivre l'addition, goutte à goutte, de la solution de dithizone pour l'extraction, jusqu'à ce que la couleur de la couche organique devienne blanche. Agiter vigoureusement durant 3 min. Laisser reposer jusqu'à séparation des couches.

NOTE — Si l'on ajoute d'un seul coup une grande quantité de la solution de dithizone pour l'extraction, la couleur de la couche organique devient verte, et l'échantillon est inutilisable.

Recueillir la couche organique dans une fiole jaugée sèche de 15 ml, et compléter au trait repère avec le chloroforme (4.7). Mélanger soigneusement.

Mesurer l'absorbance de la solution au moyen du spectromètre (5.3) à une longueur d'onde de 538 nm, en opérant à la lumière atténuée. Employer du chloroforme pur comme liquide de référence.

NOTE — Si la solution de l'échantillon minéralisé contient moins de 5 µg de zinc, la dilution prescrite dans le premier alinéa de 6.4 peut être omise. Il faut toutefois tenir compte de ce fait en établissant la courbe d'étalonnage.

### 6.5 Essai à blanc

Simultanément avec chaque série de déterminations, effectuer un essai à blanc en remplaçant la solution mère de l'échantillon minéralisé par 10 ml de la solution d'acide sulfurique (4.1), et en opérant comme décrit en 6.4.

### 6.6 Établissement de la courbe d'étalonnage

Dans une série de quatre ampoules à décanter, introduire 1 — 2 — 4 et 5 ml de la solution étalon de zinc (4.9) et diluer à 10 ml avec la solution d'acide sulfurique (4.1). Ensuite, ajouter les réactifs et procéder à la dilution avec le chloroforme, comme spécifié en 6.4.

Ces solutions contiennent respectivement 5 — 10 — 20 et 25 µg de zinc.

Mesurer les absorbances de ces solutions d'étalonnage au moyen du spectromètre, en suivant le mode opératoire spécifié en 6.4.

Vérifier la courbe d'étalonnage régulièrement chaque jour, car les valeurs d'absorbance spécifique peuvent varier selon la concentration réelle de la solution de dithizone.

NOTE — Si la solution de l'échantillon minéralisé n'est pas diluée (voir la note en 6.4.) introduire 0,2 + 0,4 + 0,6 et 0,8 ml de la solution étalon de zinc (4.9) dans les ampoules à décanter, et ajouter ensuite les réactifs comme spécifié en 6.4. Ces solutions contiennent respectivement 1 — 2 — 3 et 4 µg de zinc. Mesurer les absorbances de ces solutions d'étalonnage au moyen du spectromètre, en suivant le mode opératoire spécifié en 6.4.

### 6.7 Nombre de déterminations

Effectuer deux déterminations sur le même échantillon pour essai prélevé en vue de la minéralisation des matières organiques (voir 6.1).

## 7 Expression des résultats

### 7.1 Mode de calcul et formules

#### 7.1.1 Calcul de l'absorbance spécifique

À partir des absorbances des solutions d'étalonnage (voir 6.6), calculer les absorbances spécifiques individuelles à l'aide des formules

$$A_1 = \frac{E_1 - E_0}{5}$$

$$A_2 = \frac{E_2 - E_0}{10}$$

$$A_3 = \frac{E_3 - E_0}{20}$$

$$A_4 = \frac{E_4 - E_0}{25}$$

où

$A_1, A_2, A_3$  et  $A_4$  sont les absorbances spécifiques individuelles;

$E_1, E_2, E_3$  et  $E_4$  sont les absorbances mesurées comme décrit en 6.6;

$E_0$  est l'absorbance de la solution de l'essai à blanc.

Calculer l'absorbance spécifique totale,  $A$ , à l'aide de la formule

$$A = \frac{A_1 + A_2 + A_3 + A_4}{4}$$

### 7.1.2 Calcul de la teneur en zinc

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

$$\frac{E \times V_0}{A \times m \times V_1}$$

où

$E$  est l'absorbance de la solution d'essai;

$A$  est l'absorbance spécifique totale;

$V_0$  est le volume total, en millilitres, de la solution diluée de l'échantillon minéralisé (50 ou 100 ml) (voir 6.4);

$V_1$  est le volume, en millilitres, de la partie aliquote de la solution mère de l'échantillon minéralisé, introduite dans l'ampoule à décanter;

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

## 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 pour essai, ne doit pas dépasser 5 % de la valeur moyenne.

## 8 Procès-verbal d'essai

Le procès-verbal d'essai doit indiquer la méthode utilisée et les résultats obtenus. Il doit, en outre, mentionner tous les détails opératoires non prévus dans la présente partie de l'ISO 6636, ou dans la Norme internationale à laquelle il est fait référence, 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 6636-3:1983

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b174c278-b51e-49b4-9911-0fbba8af497b/iso-6636-3-1983>

Page blanche

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 6636-3:1983

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b174c278-b51e-49b4-9911-0fba8af497b/iso-6636-3-1983>

Page blanche

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 6636-3:1983

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b174c278-b51e-49b4-9911-0fbba8af497b/iso-6636-3-1983>

Page blanche

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 6636-3:1983

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b174c278-b51e-49b4-9911-0fba8af497b/iso-6636-3-1983>