



## **Bicarbonate d'ammonium (Hydrogénocarbonate d'ammonium) à usage industriel (y compris les industries alimentaires) — Dosage du plomb — Méthode par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme**

*Ammonium bicarbonate (Ammonium hydrogencarbonate) for industrial use (including foodstuffs) — Determination of lead content — Flame atomic absorption method*

Première édition — 1985-07-15

ISO 7110:1985

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/38c8f186-bc84-46d9-98f2-1322036adb52/iso-7110-1985>

---

CDU 661.524 : 543.42 : 543.73

Réf. n° : ISO 7110-1985 (F)

**Descripteurs :** produit industriel, composé minéral, composé d'ammonium, carbonate d'ammonium, bicarbonate d'ammonium, analyse chimique, dosage, plomb, méthode d'absorption atomique.

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 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 7110 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 47, *Chimie*.

[ISO 7110:1985](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/38c8f186-bc84-46d9-98f2-1322036adb52/iso-7110-1985)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/38c8f186-bc84-46d9-98f2-1322036adb52/iso-7110-1985>

# Bicarbonate d'ammonium (Hydrogénocarbonate d'ammonium) à usage industriel (y compris les industries alimentaires) — Dosage du plomb — Méthode par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme

## 1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme, pour le dosage du plomb dans le bicarbonate d'ammonium (hydrogénocarbonate d'ammonium) à usage industriel (y compris les industries alimentaires).

La méthode est applicable aux produits dont la teneur en plomb est supérieure à 0,1 mg/kg.

## 2 Principe

Mise en solution d'une prise d'essai, acidification par l'acide chlorhydrique et élimination du dioxyde de carbone. Complexation et extraction du plomb par une solution de diéthylthiocarbamate de diéthylammonium dans le xylène.

Nébulisation de la solution xylénique au sein d'une flamme air-acétylène et dosage du plomb par mesurage spectrométrique de l'absorption de la raie 217 nm ou, en variante, de la raie 283,3 nm, émise par une lampe à cathode creuse au plomb.

## 3 Réactifs et produits

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

**3.1 Acide chlorhydrique**,  $\rho$  1,19 g/ml environ, à 38 % (m/m) environ et ne contenant pas plus de 0,005 mg de plomb par kilogramme.

**3.2 Xylène**, mélange d'isomères,  $\rho$  0,860 à 0,870 g/ml.

**AVERTISSEMENT** — Le xylène est inflammable et nocif par inhalation. Éviter le contact avec la peau et les yeux.

**3.3 Diéthylthiocarbamate de diéthylammonium**, solution à 10 g/l dans du xylène.

Dissoudre 2,5 g de diéthylthiocarbamate de diéthylammonium [(C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>2</sub>N-CSSNH<sub>2</sub>(C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>2</sub>] dans 250 ml du xylène (3.2).

**3.4 Acide L-ascorbique**, solution à 100 g/l.

Dissoudre 10 g d'acide L-ascorbique dans de l'eau et compléter le volume à 100 ml.

Préparer cette solution au moment de l'emploi pour chaque série d'essais.

**3.5 Plomb**, solution étalon correspondant à 1,000 g de Pb par litre.

Peser, à 0,001 g près, 1,600 g de nitrate de plomb(II) [Pb(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>], préalablement séché à 105 °C et refroidi en dessiccateur et le placer dans un béccher de capacité convenable. Dissoudre avec un peu d'eau et 1 ml de solution d'acide nitrique,  $\rho$  1,40 g/ml environ. Transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser.

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

**3.6 Plomb**, solution étalon correspondant à 0,005 g de Pb par litre.

Prélever 5,00 ml de la solution étalon de plomb (3.5), les introduire dans une fiole jaugée de 1 000 ml, ajouter 1 ml de solution d'acide nitrique,  $\rho$  1,40 g/ml environ, compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 5 µg de Pb.

Préparer cette solution au moment de l'emploi pour chaque série d'essais.

**3.7 Acétylène**, comprimé (par exemple en bouteille).

**3.8 Air**, comprimé (par exemple en bouteille).

**3.9 Dibromophénolsulfonephtaléine-3,3' (Rouge de bromophénol)**, papier indicateur.

ISO 7110:1985  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3c81f80-008-418d-962-1322036adb52/iso-7110-1985>

## 4 Appareillage

Utiliser pour ce dosage de la verrerie exempte de plomb, soigneusement lavée à l'acide nitrique et abondamment rincée à l'eau.

Matériel courant de laboratoire, et

**4.1 Spectromètre d'absorption atomique**, muni d'un brûleur alimenté par un mélange air-acétylène.

**4.2 Lampe à cathode creuse au plomb.**

## 5 Mode opératoire

### 5.1 Prise d'essai

Peser, à 0,1 g près, 25 g de l'échantillon pour laboratoire.

Si un essai préliminaire fait apparaître une teneur en plomb supérieure aux valeurs couvertes par la courbe d'étalonnage, réduire en conséquence la masse de la prise d'essai.

### 5.2 Établissement de la courbe d'étalonnage

#### 5.2.1 Préparation des solutions d'étalonnage

Dans une série de sept ampoules à décanter de capacité de 250 ml, introduire dans chacune 9 ml de l'acide chlorhydrique (3.1), 150 ml environ d'eau et 5 ml de la solution d'acide L-ascorbique (3.4).

Placer ensuite dans les ampoules à décanter, respectivement les volumes de la solution étalon de plomb (3.6) indiqués dans le tableau suivant.

Solution étalon de plomb (3.6)	Masse correspondante de plomb
ml	µg
0*	0
1,0	5
2,0	10
3,0	15
4,0	20
5,0	25
6,0	30

\* Essai à blanc des réactifs de la courbe d'étalonnage.

Traiter le contenu de chaque ampoule à décanter de la manière suivante:

Amener le volume de chaque ampoule à décanter à 200 ml environ avec de l'eau, ajouter 5,0 ml de la solution de diéthylthiocarbamate de diéthylammonium (3.3), boucher les ampoules à décanter et les agiter énergiquement durant 2 min environ. Laisser les phases se séparer, soutirer de chaque ampoule la phase aqueuse et la rejeter; recueillir les phases xyléniques dans des petits béchers (capacité de 10 à 20 ml).

NOTE — Il n'est pas nécessaire de recueillir quantitativement les phases xyléniques.

#### 5.2.2 Réglage de l'appareil (4.1) équipé de la lampe (4.2)

Mettre préalablement l'appareil (4.1) sous tension durant le temps nécessaire à sa stabilisation. Régler la longueur d'onde aux environs de 217 nm ou, en variante, 283,3 nm ainsi que la sensibilité et la fente, suivant les caractéristiques de l'appareil. Régler la pression du nébuliseur et du brûleur de façon à fournir une flamme oxydante quand le xylène est nébulisé à raison de 2 à 3 ml/min.

#### 5.2.3 Mesurages spectrométriques

Nébuliser au sein de la flamme la gamme des solutions d'étalonnage (5.2.1) et mesurer l'absorbance de chacune d'elles. Avoir soin de maintenir constant le débit des solutions nébulisées dans la flamme pendant toute la durée de l'établissement de la courbe d'étalonnage.

NOTE — Faire passer du xylène à travers le brûleur après chaque mesurage.

#### 5.2.4 Tracé de la courbe d'étalonnage

Tracer un graphique en portant, par exemple, sur l'axe des abscisses, les masses, en microgrammes, de plomb introduites lors de la préparation des solutions d'étalonnage et, sur l'axe des ordonnées, les valeurs correspondantes des absorbances.

## 5.3 Dosage

### 5.3.1 Préparation de la solution d'essai

Dissoudre la prise d'essai (5.1) dans de l'eau et ajouter de l'acide chlorhydrique (3.1) jusqu'à ce que la couleur du papier indicateur (3.9) vire du jaune au rouge. Ajouter un excès de 9 ml d'acide chlorhydrique, chauffer légèrement de manière à éliminer la majeure partie du dioxyde de carbone, puis refroidir. Transvaser quantitativement la solution dans une ampoule à décanter de capacité 250 ml, ajouter 5 ml de la solution d'acide L-ascorbique (3.4), diluer, si nécessaire, jusqu'à 200 ml environ avec de l'eau et homogénéiser. Ajouter ensuite 5,0 ml de la solution de diéthylthiocarbamate de diéthylammonium (3.3), boucher l'ampoule à décanter et l'agiter énergiquement durant 2 min environ. Laisser les phases se séparer, soutirer la phase aqueuse et la rejeter; recueillir la phase xylénique dans un petit bécher.

#### 5.3.2 Mesurages spectrométriques

##### 5.3.2.1 Mesurage d'orientation

Effectuer un premier mesurage d'orientation de la solution d'essai (5.3.1) selon les modalités spécifiées en 5.2.3, conjointement aux mesurages spectrométriques des solutions d'étalonnage (5.2.1).

NOTE — Utiliser pour ce mesurage le minimum de solution d'essai.

##### 5.3.2.2 Mesurage par encadrement

Effectuer un deuxième mesurage de la solution d'essai (5.3.1) conjointement aux mesurages de deux solutions d'encadre-

ment dont les concentrations ne diffèrent pas entre elles de plus de 2 µg de Pb.

Pour la préparation de ces solutions d'encadrement, suivre les modalités spécifiées en 5.2.1 en utilisant des quantités appropriées de la solution étalon de plomb (3.6).

## 6 Expression des résultats

La masse de plomb,  $m_1$ , en microgrammes, contenue dans la solution d'essai est donnée par l'équation

$$m_1 = m_2 + (m_3 - m_2) \times \frac{A_0 - A_1}{A_2 - A_1}$$

où

$m_2$  est la masse, en microgrammes, de plomb contenue dans la solution d'encadrement de concentration inférieure utilisée;

$m_3$  est la masse, en microgrammes, de plomb contenue dans la solution d'encadrement de concentration supérieure utilisée;

$A_0$  est la valeur de l'absorbance correspondant à la solution d'essai (5.3.1);

$A_1$  est la valeur de l'absorbance correspondant à la solution d'encadrement de concentration inférieure;

$A_2$  est la valeur de l'absorbance correspondant à la solution d'encadrement de concentration supérieure.

La teneur en plomb, exprimée en milligrammes de Pb par kilogramme, est donnée par la formule

$$\frac{m_1}{m_0}$$

où  $m_0$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai (5.1).

## 7 Procès-verbal d'essai

Le procès-verbal d'essai doit contenir les indications suivantes:

- a) identification de l'échantillon;
- b) référence de la méthode utilisée;
- c) résultats, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;
- d) compte rendu de tous détails particuliers éventuels relevés au cours de l'essai;
- e) compte rendu de toutes opérations non prévues dans la présente Norme internationale, ou de toutes opérations facultatives.

iTeH STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)  
ISO 7110:1985  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/38c8f186-bc84-46d9-98f2-1322036adb52/iso-7110-1985>

Page blanche

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

ISO 7110:1985

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/38c8f186-bc84-46d9-98f2-1322036adb52/iso-7110-1985>

Page blanche

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

ISO 7110:1985

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/38c8f186-bc84-46d9-98f2-1322036adb52/iso-7110-1985>

Page blanche

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

ISO 7110:1985

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/38c8f186-bc84-46d9-98f2-1322036adb52/iso-7110-1985>