

NORME
INTERNATIONALE

ISO
7952

Première édition
1994-10-15

**Fruits, légumes et produits dérivés —
Détermination de la teneur en cuivre —
Méthode par spectrométrie d'absorption
atomique avec flamme**
(standards.iteh.ai)

*Fruits, vegetables and derived products — Determination of copper
content — Method using flame atomic absorption spectrometry*
[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f2ab60c8-6024-40e0-8e97-
b90cac39b885/iso-7952-1994](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f2ab60c8-6024-40e0-8e97-b90cac39b885/iso-7952-1994)



Numéro de référence
ISO 7952:1994(F)

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 en général 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. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 7952 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits agricoles alimentaires*, sous-comité SC 3, *Produits dérivés des fruits et légumes*.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f2ab60c8-6024-40e0-8e97-b90cac39b885/iso-7952-1994>

© ISO 1994

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

Organisation internationale de normalisation
Case Postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse

Imprimé en Suisse

Fruits, légumes et produits dérivés — Détermination de la teneur en cuivre — Méthode par spectrométrie d'absorption atomique avec flamme

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode pour la détermination de la teneur en cuivre dans les fruits, légumes et produits dérivés, par spectrométrie d'absorption atomique avec flamme.

2 Référence normative

La norme suivante contient des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Au moment de la publication, l'édition indiquée était en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer l'édition la plus récente de la norme indiquée ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 5515:1979, *Fruits, légumes et produits dérivés — Décomposition des matières organiques en vue de l'analyse — Méthode par voie humide.*

3 Principe

Minéralisation de la matière organique par voie sèche ou par voie humide et dosage du cation Cu(II) par spectrométrie d'absorption atomique avec flamme.

4 Réactifs

Tous les réactifs utilisés doivent être de qualité analytique reconnue et, en particulier, être exempts de cuivre. 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 sulfurique, concentré ($\rho_{20} = 1,84$ g/ml).

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

4.3 Acide chlorhydrique, dilué 1 + 1 (V/V).

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

4.4 Acide chlorhydrique, solution à environ 0,1 mol/l.

Placer environ 17 ml d'acide chlorhydrique dilué (4.3) dans une fiole jaugée de 100 ml, ajuster au trait repère avec de l'eau. Homogénéiser.

4.5 Cuivre, solution étalon correspondant à 1 g de cuivre par litre.

Dans une fiole jaugée de 1 000 ml, dissoudre 3,929 g de sulfate de cuivre pentahydraté ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) dans de l'eau bidistillée et ajuster au trait repère avec de l'eau.

Conserver cette solution dans une fiole en verre borosilicaté munie d'un bouchon rodé.

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

Il est également possible de préparer la solution étalon de la manière suivante.

- Dans une fiole jaugée de 1 000 ml, dissoudre 1,000 g de cuivre métallique dans 50 ml d'une solution d'acide nitrique à 5 mol/l. Ajuster au trait repère avec de l'eau bidistillée et homogénéiser. Conserver cette solution dans une fiole en polyéthylène.
- Dans une fiole jaugée de 1 000 ml, dissoudre 3,798 g de nitrate de cuivre trihydraté

[Cu(NO₃)₂·3H₂O] dans 250 ml de l'eau bidistillée. Ajuster au trait repère avec de l'eau bidistillée et homogénéiser. Conserver cette solution dans une fiole en polyéthylène.

5 Appareillage

Laver les capsules et toute la verrerie au préalable avec de l'acide nitrique concentré (4.2) chaud (70 °C à 80 °C) et les rincer à l'eau bidistillée.

Matériel courant de laboratoire, et notamment

5.1 Broyeur mécanique, avec revêtement intérieur et palettes en polytétrafluoroéthylène.

5.2 Ballons à fond rond, de 250 ml, 500 ml ou 1 000 ml de capacité.

5.3 Capsules, en platine ou en quartz, de 70 mm de diamètre.

5.4 Fioles jaugées, de 50 ml de capacité.

5.5 Pipettes, de capacité appropriée.

5.6 Tubes à centrifuger, munis de bouchons résistants aux acides, de 30 ml de capacité.

5.7 Bain d'eau, programmable de 20 °C à l'ébullition.

5.8 Four à moufle électrique, réglable à 525 °C ± 25 °C, et capable d'être programmé par paliers progressifs de 20 °C jusqu'à 525 °C ± 25 °C.

5.9 Centrifugeuse de laboratoire, capable de maintenir une fréquence de rotation de 1 600 min⁻¹, et permettant l'utilisation des tubes (5.6).

5.10 Spectromètre d'absorption atomique, équipé d'un brûleur alimenté par de l'air et de l'acétylène, permettant des mesurages à une longueur d'onde de 324,7 nm.

5.11 Balance analytique, précise à ± 0,01 g près.

6 Préparation de l'échantillon pour essai

Homogénéiser soigneusement l'échantillon pour laboratoire. Si nécessaire, retirer au préalable les noyaux et les loges carpellaires, puis le broyer à l'aide du broyeur mécanique (5.1).

Les produits congelés ou surgelés doivent être préalablement décongelés en vase clos et le liquide formé durant la décongélation doit être ajouté au produit avant homogénéisation.

7 Mode opératoire

7.1 Prise d'essai

7.1.1 Produits liquides fluides homogènes

À l'aide d'une pipette, prélever 10 ml de l'échantillon pour essai (article 6).

7.1.2 Produits liquides visqueux, et non homogènes, pâteux, solides et déshydratés

Peser, à 0,01 g près, entre 1 g et 10 g de l'échantillon pour essai (article 6), selon la nature du produit.

7.2 Minéralisation

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

7.2.1 Minéralisation par voie sèche

7.2.1.1 Introduire la prise d'essai (7.1) dans une capsule (5.3) et procéder ensuite selon 7.2.1.2 ou 7.2.1.3.

7.2.1.2 Placer la capsule sur le bain d'eau (5.7) contrôlé à 20 °C. Amener progressivement l'eau du bain à l'ébullition (de manière à éviter les pertes dues à un chauffage trop rapide), puis évaporer jusqu'à siccité.

Poursuivre la minéralisation dans un four à moufle (5.8) réglé à 525 °C.

7.2.1.3 Si le four à moufle électrique (5.8) peut être réglé par paliers progressifs de 20 °C jusqu'à 525 °C, il est préférable de placer la capsule directement dans le four à moufle programmé.

NOTE 1 Il est préférable de sécher la prise d'essai au moyen d'un four à moufle à température programmée plutôt que par évaporation sur un bain d'eau, de manière à éviter les pertes dues à un chauffage trop rapide.

7.2.1.4 Si des particules charbonneuses persistent, ajouter quelques gouttes d'acide nitrique (4.2), évaporer sur le bain d'eau bouillante (5.7) [ou dans le four (5.8) à une température inférieure à 100 °C], puis chauffer dans le four à moufle à 525 °C jusqu'à l'obtention de cendres blanches.

7.2.1.5 Dissoudre les cendres dans 1 ml à 2 ml environ de la solution d'acide chlorhydrique (4.4).

NOTE 2 Cette dissolution aide la transformation des sels minéraux en chlorures facilement dissociables.

Transférer quantitativement la solution des cendres dans un tube à centrifuger (5.6), rincer la capsule avec 20 ml environ de la solution d'acide chlorhydrique (4.4) et centrifuger.

Prélever le liquide surnageant et le placer dans une fiole jaugée de 50 ml (5.4). Diluer le culot de centrifugation dans le tube avec 10 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.4), centrifuger à nouveau, prélever le liquide surnageant et l'introduire dans la fiole jaugée.

Diluer le culot de centrifugation dans le tube avec 10 ml d'eau, centrifuger, prélever le liquide surnageant et l'introduire dans la fiole jaugée. Ajuster au trait repère avec de l'eau. Homogénéiser la solution.

7.2.2 Minéralisation par voie humide

Introduire la prise d'essai (7.1) dans un ballon à fond rond de capacité appropriée à la prise d'essai. Si la prise d'essai contient de l'éthanol, l'éliminer par évaporation. Ajouter 5 ml d'acide nitrique (4.2), chauffer, puis ajouter avec précaution 5 ml d'acide sulfurique (4.1)¹⁾. Opérer ensuite comme prescrit dans l'ISO 5515:1979, paragraphe 6.3.1, du 2^e au 8^e alinéa.

Lorsque la minéralisation est terminée, diluer la solution sulfurique avec quelques millilitres d'eau. Transférer quantitativement la solution dans un tube à centrifuger (5.6), rincer le ballon avec 10 ml d'eau environ et recueillir les eaux de rinçage dans le tube à centrifuger. Centrifuger si nécessaire, prélever le liquide surnageant et l'introduire dans une fiole jaugée de 50 ml (5.4). Diluer le culot de centrifugation dans le tube avec 10 ml d'eau, centrifuger à nouveau, prélever le liquide surnageant et l'introduire dans la fiole jaugée.

Répéter la dilution et la centrifugation avec une nouvelle quantité de 10 ml d'eau. Refroidir et ajuster au trait repère avec de l'eau. Homogénéiser.

7.2.3 Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc en opérant dans les mêmes conditions de minéralisation (7.2.1 ou 7.2.2), mais en remplaçant la prise d'essai (7.1) par 10 ml d'eau.

1) Pour certains produits, on peut utiliser 10 ml d'acide sulfurique; modifier en conséquence les concentrations de cet acide dans la courbe d'étalonnage (7.3.2.1).

7.3 Détermination

7.3.1 Prise d'essai minéralisée obtenue par voie sèche

7.3.1.1 Préparation de la courbe d'étalonnage

Diluer la solution étalon de cuivre (4.5), avec la solution d'acide chlorhydrique (4.4) de façon à obtenir cinq solutions contenant respectivement 0,2 mg/l, 0,4 mg/l, 0,6 mg/l, 0,8 mg/l et 1 mg/l de cuivre.

Pulvériser successivement chacune de ces solutions dans la flamme du spectromètre (5.10). Opérer avec un débit tel que l'on obtienne une valeur maximale de l'absorbance pour la solution de cuivre à 1 mg/l.

Prendre soin de maintenir constant le débit de la solution pulvérisée pendant toute la durée de la préparation de la courbe d'étalonnage. Pulvériser de l'eau à travers le brûleur après chaque mesurage.

Noter les valeurs d'absorbances correspondantes et tracer la courbe d'étalonnage.

7.3.1.2 Mesurages spectrométriques

Pulvériser dans la flamme du spectromètre (5.10), en adoptant le même débit qu'en 7.3.1.1, la solution d'essai obtenue en 7.2.1 et la solution de l'essai à blanc obtenue en 7.2.3. Noter les absorbances respectives.

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

Si l'absorbance de la solution d'essai est supérieure à celle de la solution la plus concentrée de la gamme d'étalonnage, diluer la solution d'essai avec la solution d'acide chlorhydrique (4.4) en conséquence et mesurer son absorbance.

7.3.2 Prise d'essai minéralisée obtenue par voie humide

7.3.2.1 Préparation de la courbe d'étalonnage

Diluer la solution étalon de cuivre (4.5), avec de l'eau de façon à obtenir cinq solutions contenant respectivement 2 mg/l, 4 mg/l, 6 mg/l, 8 mg/l et 10 mg/l de cuivre.

Dans une série de cinq fioles jaugées de 50 ml (5.4), introduire respectivement 5 ml de chacune de ces solutions (une dilution par fiole jaugée), Ajouter à

chaque fiole 30 ml à 35 ml d'eau, puis 5 ml d'acide sulfurique (4.1). Homogénéiser, laisser refroidir, ajuster au trait repère avec de l'eau. Homogénéiser.

Ces solutions contiennent respectivement 0,2 mg/l, 0,4 mg/l, 0,6 mg/l, 0,8 mg/l et 1 mg/l de cuivre.

Pulvériser successivement chacune de ces solutions dans la flamme du spectromètre (5.10). Opérer avec un débit tel que l'on obtienne une valeur maximale de l'absorbance pour la solution de cuivre à 1 mg/l.

Prendre soin de maintenir constant le débit de la solution pulvérisée pendant toute la durée de la préparation de la courbe d'étalonnage. Pulvériser de l'eau à travers le brûleur après chaque mesurage.

Noter les valeurs d'absorbances correspondantes et tracer la courbe d'étalonnage.

7.3.2.2 Mesurages spectrométriques

Pulvériser dans la flamme du spectromètre (5.10), en adoptant le même débit qu'en 7.3.2.1, la solution d'essai obtenue en 7.2.2 et la solution de l'essai à blanc obtenue en 7.2.3. Noter les absorbances respectives.

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

Si l'absorbance de la solution d'essai est supérieure à celle de la solution la plus concentrée de la gamme d'étalonnage, diluer la solution d'essai avec une solution d'acide sulfurique à 10 % (V/V) en conséquence et mesurer son absorbance.

8 Calcul

8.1 Produits liquides homogènes

La teneur en cuivre de l'échantillon, exprimée en milligrammes par litre de produit, est égale à

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

où

- c_1 est la teneur en cuivre de la solution d'essai, exprimée en milligrammes par litre, lue sur la courbe d'étalonnage;
- c_2 est la teneur en cuivre éventuellement présent dans la solution de l'essai à blanc, exprimée en milligrammes par litre, lue sur la courbe d'étalonnage.

Si la solution à doser a été diluée, tenir compte, dans le calcul, du facteur de dilution.

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

8.2 Produits liquides visqueux, et non homogènes, pâteux, solides et déshydratés

La teneur en cuivre de l'échantillon, exprimée en milligrammes par kilogramme de produit, est égale à

$$\frac{(c_1 - c_2)}{m_0} \times 50$$

où

- c_1 est la teneur en cuivre de la solution d'essai, exprimée en milligrammes par litre, lue sur la courbe d'étalonnage;
- c_2 est la teneur en cuivre dans la solution de l'essai à blanc, exprimée en milligrammes par litre, lue sur la courbe d'étalonnage;
- m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai.

Si la solution à doser a été diluée, tenir compte, dans le calcul, du facteur de dilution.

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

9 Répétabilité

La différence absolue entre deux résultats d'essai indépendants, obtenus à l'aide de la même méthode sur un matériau identique soumis à l'essai dans le même laboratoire par le même opérateur utilisant le même appareillage dans un court intervalle de temps, ne doit pas être supérieure à 10 % de la moyenne arithmétique des deux résultats.

10 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit indiquer

- la méthode selon laquelle l'échantillonnage a été effectué, si elle est connue,
- la méthode utilisée,
- le (les) résultat(s) d'essai obtenu(s), et

— si la répétabilité a été vérifiée, le résultat final cité qui a été 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 les résultats d'essai.

Le rapport d'essai doit donner tous les renseignements nécessaires à l'identification complète de l'échantillon.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 7952:1994](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f2ab60c8-6024-40e0-8e97-b90cac39b885/iso-7952-1994)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f2ab60c8-6024-40e0-8e97-b90cac39b885/iso-7952-1994>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 7952:1994](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f2ab60c8-6024-40e0-8e97-b90cac39b885/iso-7952-1994>

ICS 67.080.00

Descripteurs: produit agricole, fruit, légume, produit dérivé des fruits et légumes, analyse chimique, dosage, cuivre, méthode par spectrométrie d'absorption atomique.

Prix basé sur 5 pages
