

NORME INTERNATIONALE

**ISO
9526**

Première édition
1990-04-01

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

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

*Fruits, vegetables and derived products — Determination of iron
content by flame atomic absorption spectrometry*

ISO 9526:1990

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/79c623f4-86fc-4c0a-a8fe-19fa5dcc70d/iso-9526-1990>



Numéro de référence
ISO 9526:1990(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 9526 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits agricoles alimentaires*.

[ISO 9526:1990](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/79c623f4-86fc-4c0a-a8fe-19fa5dcc70d/iso-9526-1990)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/79c623f4-86fc-4c0a-a8fe-19fa5dcc70d/iso-9526-1990>

© ISO 1990

Droits de reproduction réservés. 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 fer par spectrométrie d'absorption atomique avec flamme

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode de détermination de la teneur en fer 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 Fe^{2+} 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 fer. 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, solution diluée 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.

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

4.5 Fer, solution étalon correspondant à 1 g de fer par litre.

Dans une fiole jaugée de 1 000 ml, dissoudre 7,022 g de sulfate de fer(II) et d'ammonium hexahydraté $[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2, 6\text{H}_2\text{O}]$ dans de l'eau et compléter 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 Fe.

5 Appareillage

Laver les capsules et toute la verrerie au préalable avec de l'acide nitrique concentré 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 à palettes en polytétrafluoroéthylène.

5.2 Ballon à fond rond, de 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, pour la préparation des solutions étalons.

5.6 Papier filtre, sans cendres.

5.7 Bain d'eau bouillante.

5.8 Four à moufle électrique, réglable à $525\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$.

5.9 Spectromètre d'absorption atomique, équipé d'un brûleur alimenté par de l'air et de l'acétylène, permettant des mesures à une longueur d'onde de 248,3 nm.

5.10 Lampe à rayonnement infrarouge ou, à défaut, brûleur Bunsen.

5.11 Balance analytique.

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

Peser, à 0,01 g près, une quantité de l'échantillon pour essai (article 6) comprise entre 5 g et 10 g, selon la nature de l'échantillon.

7.2 Minéralisation

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

7.2.1 Minéralisation par voie sèche

Introduire la prise d'essai (7.1) dans une capsule (5.3) et la placer au bain d'eau bouillante (5.7). Évaporer à sec. Amorcer la combustion de la matière organique à l'aide d'une lampe à rayonnement infrarouge (5.10) ou, à défaut, à l'aide d'un brûleur à gaz et poursuivre la minéralisation au four à moufle (5.8) réglé à $525\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ jusqu'à ce que les cendres formées deviennent blanches. Si des particules charbonneuses persistent, reprendre les cendres par quelques gouttes d'acide nitrique (4.2), évaporer à sec sur bain d'eau bouillante, puis placer à nouveau la capsule et son contenu dans le four à moufle. Dissoudre les cendres dans 1 ml à 2 ml environ de la solution d'acide chlorhydrique (4.3), ajouter 20 ml environ d'eau distillée et porter sur le bain d'eau bouillante jusqu'à évaporation. Ajouter 20 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.4) et chauffer sur le bain d'eau pendant environ 5 min.

Filtrer sur papier filtre sans cendres (5.6) et recueillir le filtrat dans une fiole jaugée de 50 ml (5.4). Rincer la capsule et le filtre à plusieurs reprises avec des volumes de 5 ml à 10 ml de solution d'acide chlorhydrique (4.4) et recueillir le liquide de rinçage dans la fiole jaugée. Compléter au trait repère avec la solution d'acide chlorhydrique (4.4) et homogénéiser la solution.

7.2.2 Minéralisation par voie humide

Introduire la prise d'essai (7.1) dans un ballon à fond rond (5.2). 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, filtrer sur papier filtre sans cendres (5.6), et recueillir le filtrat dans une fiole jaugée de 50 ml (5.4); rincer le ballon et le filtre avec quelques millilitres d'eau et recueillir les eaux de rinçage dans la fiole jaugée, agiter, laisser refroidir et ajuster au trait repère avec de l'eau. Homogénéiser la solution.

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

Préparer à partir de la solution étalon de fer (4.5), par dilutions successives avec la solution d'acide chlorhydrique (4.4), quatre solutions contenant respectivement 0,4 mg/l; 0,8 mg/l; 1,2 mg/l et 1,6 mg/l de fer.

Pulvériser successivement chacune de ces solutions dans la flamme du spectromètre (5.9). Opérer avec un débit tel que l'on obtienne une valeur maximale de l'absorbance pour la solution de fer à 1,6 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 absorbances correspondantes et tracer la courbe d'étalonnage.

7.3.1.2 Pulvérisation

Pulvériser dans la flamme du spectromètre (5.9), 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.

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) et mesurer son absorbance.

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

7.3.2 Prise d'essai minéralisée obtenue par voie humide

7.3.2.1 Préparation de la courbe d'étalonnage

Préparer à partir de la solution étalon de fer (4.5), par dilutions successives avec de l'eau, quatre solutions contenant respectivement 4 mg/l; 8 mg/l; 12 mg/l et 16 mg/l de fer.

Dans quatre fioles jaugées de 50 ml (5.4), introduire respectivement 5 ml de chacune de ces solutions. Ajouter 35 ml environ 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 0,4 mg/l; 0,8 mg/l; 1,2 mg/l et 1,6 mg/l de fer.

Pulvériser successivement chacune de ces solutions dans la flamme du spectromètre (5.9). Opérer avec un débit tel que l'on obtienne une valeur maximale de l'absorbance pour la solution de fer à 1,6 mg/l.

Prendre soin de maintenir constant le débit de 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 absorbances correspondantes et tracer la courbe d'étalonnage.

7.3.2.2 Pulvérisation

Pulvériser dans la flamme du spectromètre (5.9), 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.

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) et mesurer son absorbance.

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

8 Expression des résultats

8.1 Mode de calcul

La teneur en fer 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 fer de la solution d'essai, exprimée en milligrammes par litre, lue sur la courbe d'étalonnage;

c_2 est la teneur en fer éventuellement présente 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 fer au produit sec, tenir compte dans le calcul de la teneur en eau de l'échantillon.

8.2 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 s'écarter de plus de 10 % (en valeur relative) de la valeur moyenne.

9 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit indiquer la méthode utilisée et le résultat obtenu; il doit en outre indiquer clairement le mode d'expression utilisé et aussi men-

tionner 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. Il doit également préciser si la répétabilité a été vérifiée.

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

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 9526:1990](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/79c623f4-86fc-4c0a-a8fe-19fa5dcc70d/iso-9526-1990)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/79c623f4-86fc-4c0a-a8fe-19fa5dcc70d/iso-9526-1990>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 9526:1990

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/79c623f4-86fc-4c0a-a8fe-f9fa5dcc70d/iso-9526-1990>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 9526:1990

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/79c623f4-86fc-4c0a-a8fe-f9fa5dcc70d/iso-9526-1990>

CDU [634.1/.8 + 635.1/.8]:546.72:543.42

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

Prix basé sur 3 pages
