

# NORME INTERNATIONALE **ISO** 2447



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

## Produits dérivés des fruits et légumes — Dosage de l'étain —

*Fruit and vegetable products — Determination of tin*

Première édition — 1974-02-15

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

34

ISO 2447:1974

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/eeb468ea-9700-4089-8a15-cdcfe4c1d200/iso-2447-1974>

Détermination de la teneur en

Méthode photométrique à l'aide de  
phénylfluorure

pour  
l'étain

CDU 664.8 : 543.849 : 546.811

Réf. N° : ISO 2447-1974 (F)

**Descripteurs** : produit agricole, produit dérivé de fruits, produit dérivé de légumes, analyse chimique, dosage, étain, colorimétrie.

Prix basé sur 2 pages

## AVANT-PROPOS

ISO (Organisation Internationale de Normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (Comités Membres ISO). L'élaboration de Normes Internationales est confiée aux Comités Techniques 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 2447 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 34, *Produits agricoles alimentaires*, et soumise aux Comités Membres en juillet 1971.

(standards.iteh.ai)

Elle a été approuvée par les Comités Membres des pays suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	Espagne	Pays-Bas
Australie	Finlande	Pologne
Brésil	France	Portugal
Bulgarie	Hongrie	Royaume-Uni
Chili	Inde	Thaïlande
Corée, Rép. dém. p. de	Iran	Turquie
Egypte, Rép. arabe d'	Israël	

Cette Norme Internationale a également été approuvée par l'Association of Official Analytical Chemists (AOAC).

Le Comité Membre du pays suivant a désapprouvé le document pour des raisons techniques :

Tchécoslovaquie

Détermination de la Teneur en

Produits dérivés des fruits et légumes – ~~Dosage de l'étain~~

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie une méthode de ~~Dosage de l'étain~~ ~~des~~ produits dérivés des fruits et légumes. **44 Détermination de la Teneur en**

La méthode est applicable à des produits pouvant contenir, par kilogramme, jusqu'à

- 1,25 g de cuivre;
- 0,6 g de plomb;
- 0,6 g de zinc;
- 40 g de phosphore.

2 RÉFÉRENCE

Fruits, légumes et p.

ISO ~~1~~ ~~Produits dérivés des fruits et légumes~~ ~~Minéralisation par voie humide.~~ ~~ISO 2447-1974~~ ~~https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ce0402a-9100-4689-8a75-iso-2447-1974~~ **Décomposition des matières organiques en vue de l'analyse - Méthode par voie humide.**

3 PRINCIPE

Après destruction sulfonitrique de la matière organique et transformation de l'étain à l'état stannique, formation, en milieu tamponné de pH compris entre 1,0 et 1,2, [le fer(III) étant, si nécessaire, masqué par réduction par l'acide ascorbique], d'un complexe coloré orangé avec la phénylfluorone, et comparaison de la couleur avec celles obtenues dans les mêmes conditions à partir de solutions étalons d'étain pur.

4 RÉACTIFS

Tous les réactifs utilisés doivent être de qualité analytique reconnue et l'eau utilisée doit être de l'eau distillée ou de pureté au moins équivalente.

En plus des réactifs employés pour la minéralisation et spécifiés dans l'ISO ~~H~~, prévoir les réactifs suivants :

- 4.1 Acide sulfurique,  $\rho_{20}$  1,84 g/ml.
- 4.2 Acide sulfurique, solution 2,5 N.
- 4.3 Acide ascorbique, solution à 50 g/l.

4.4 Alcool polyvinylique, solution à 16 g/l.

Dissoudre 1,6 g d'alcool polyvinylique dans un peu d'eau en chauffant doucement et en agitant. Diluer à 100 ml après refroidissement.

4.5 Solution tampon, ~~L~~ contenant 450 g d'acétate de sodium ( $\text{CH}_3\text{COONa}$ ) et 240 ml d'acide acétique ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ) par litre.

4.6 Étain, solution étalon à 500 ~~µg~~ /ml en milieu sulfurique environ 6 N. **rom**

Dissoudre à chaud 0,5 g d'étain pur par 50 ml d'acide sulfurique (4.1) et 5 ml d'acide nitrique,  $\rho_{20}$  1,42 g/ml, additionnés de 25 ml d'eau. Après dissolution complète, oxyder l'étain à l'état stannique par ébullition jusqu'à apparition de fumées blanches.

Refroidir et verser dans une fiole jaugée de 1 000 ml contenant déjà 116 ml d'acide sulfurique (4.1) et 100 ml d'eau. Refroidir et compléter à 1 000 ml avec de l'eau.

4.7 Étain, solution étalon à 10 ~~µg~~ /ml en milieu sulfurique environ 0,5 N. **rom**

Introduire 20 ml de la solution étalon d'étain (4.6) dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Ajouter 10 ml d'acide sulfurique (4.1) et compléter à 1 000 ml avec de l'eau.

4.8 Réactif à la phénylfluorone (trihydroxy 2-6-7 phényl-9 isoxanthone-3).

Dans une fiole jaugée de 500 ml, dissoudre 0,1 g de phénylfluorone dans 10 ml de méthanol et 1 ml d'acide chlorhydrique concentré  $\rho_{20}$  1,19 g/ml. Compléter à 500 ml avec de l'éthanol à 95 % (V/V). Le réactif doit être conservé à l'obscurité dans un flacon de couleur brune. Il est recommandé de ne pas le conserver plus d'une semaine.

5 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, outre celui employé pour la minéralisation et décrit dans l'ISO ~~H~~, et notamment :

5.1 Fioles jaugées, capacités 50 et 200 ml, conformes à la Classe A de l'ISO ~~1042~~.

1) En préparation.

5.2 Pipettes, permettant de délivrer 1, 2, 3, 4, 5, 10, 20 ml, conformes à la classe A de l'ISO 648 ou de l'ISO/R 835.

5.3 Spectrophotomètre, ou photocolorimètre, avec filtre vert, permettant de faire des mesurages à des longueurs d'onde comprises entre 500 à 530 nm, muni d'une cuve de 10 mm de parcours optique.

5.4 Balance analytique.

## 6 MODE OPÉRATOIRE

### 6.1 Préparation de la prise d'essai

Opérer comme décrit dans l'ISO 5515, en pesant, de préférence, une masse d'environ 10 g à 0,01 g près.

### 6.2 Minéralisation

Opérer comme décrit dans l'ISO 5515.

Ajouter 5 ml d'acide sulfurique (4.1) à la solution minéralisée, refroidir, puis verser dans la fiole jaugée de 200 ml (5.1) et compléter au trait repère avec de l'eau (solution A).

### 6.3 Colorimétrie

6.3.1 Prélever, à l'aide d'une pipette (5.2), et introduire dans une fiole jaugée de 50 ml (5.1), un volume de solution A égal à

- 20 ml, si la teneur en étain de l'échantillon est inférieure à 50 mg/kg.
- 10 ml, si la teneur en étain de l'échantillon est comprise entre 50 et 125 mg/kg, en complétant à 20 ml par de la solution d'acide sulfurique (4.2).
- 5 ml, si la teneur en étain de l'échantillon est supérieure à 125 mg/kg, en complétant à 20 ml par de la solution d'acide sulfurique (4.2).

### 6.3.2 Ajouter ensuite dans l'ordre

- 10 ml de solution tampon (4.5);
- 1 ml de solution d'acide ascorbique (4.3);<sup>1)</sup>
- 5 ml de solution d'alcool polyvinylique (4.4);
- 5 ml de réactif à la phénylfluorone (4.8).

Agiter la fiole par un mouvement circulaire en évitant une formation de mousse causée par l'alcool polyvinylique. Laisser reposer durant 5 min.

Ajuster au trait repère avec de l'eau et laisser reposer durant 30 min, puis effectuer le mesurage à une longueur d'onde de 505 nm au spectrophotomètre ou au photocolorimètre (5.3).

6.3.3 Effectuer deux déterminations sur le même échantillon préparé en vue de la minéralisation (voir 6.1).

## 6.4 Tracé de la courbe d'étalonnage

6.4.1 Dans une série de six fioles jaugées de 50 ml (5.1) contenant chacune 20 ml de solution d'acide sulfurique (4.2) introduire les quantités suivantes de la solution étalon d'étain (4.7) :

- 0 ml correspondant à 0 µg d'étain
- 1 ml correspondant à 10 µg d'étain
- 2 ml correspondant à 20 µg d'étain
- 3 ml correspondant à 30 µg d'étain
- 4 ml correspondant à 40 µg d'étain
- 5 ml correspondant à 50 µg d'étain

6.4.2 Procéder ensuite comme indiqué en 6.3.2.

6.4.3 Établir la courbe d'étalonnage donnant les différences de densité optique en fonction du nombre de microgrammes d'étain.

## 7 EXPRESSION DES RÉSULTATS

### 7.1 Mode de calcul et formule

Au moyen de la courbe d'étalonnage, convertir en microgrammes d'étain le chiffre obtenu en 6.3.2.

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

$$\frac{m_1}{1000} \times \frac{200}{V} \times \frac{10^3}{m_0} = \frac{m_1 \times 200}{V \times m_0}$$

$m_0$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai;

$m_1$  est la masse d'étain, en microgrammes, lue sur la courbe d'étalonnage;

$V$  est le volume, en millilitres, de solution A prélevé pour le mesurage colorimétrique (voir 6.3.1).

Prendre comme résultat la moyenne arithmétique des déterminations, si les conditions de répétabilité sont remplies (voir 7.2).

### 7.2 Répétabilité

La différence entre les résultats de deux dosages, effectués simultanément ou rapidement l'un après l'autre, par le même analyste, ne doit pas dépasser 5 %, en valeur relative, de la valeur moyenne.

## 8 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

Le procès-verbal d'essai doit indiquer la méthode utilisée et le résultat 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 le résultat.

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

1) L'addition d'acide ascorbique n'est pas nécessaire si la teneur en fer(III) est inférieure ou égale à 25 mg/kg.