
Norme internationale



3946

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

Amidons, féculés et produits dérivés — Détermination de la teneur en phosphore total — Méthode spectrophotométrique

Starches and derived products — Determination of total phosphorus content — Spectrophotometric method

Première édition — 1982-12-01

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 3946:1982](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b351e1e9-3cb2-4865-8c55-20939e71b466/iso-3946-1982)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b351e1e9-3cb2-4865-8c55-20939e71b466/iso-3946-1982>

CDU 664.2 : 543.847

Réf. n° : ISO 3946-1982 (F)

Descripteurs : amidon, analyse chimique, dosage, phosphore, méthode spectrophotométrique.

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 3946 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 93, *Amidon (amidons, féculés), dérivés et sous-produits*, et a été soumise aux comités membres en février 1982.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée : <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b351e1e9-3cb2-4865-8c55-20939e71b466/iso-3946-1982>

Afrique du Sud, Rép. d'	France	URSS
Allemagne, R.F.	Pays-Bas	USA
Autriche	Pologne	
Égypte, Rép. arabe d'	Portugal	

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

Amidons, féculés et produits dérivés — Détermination de la teneur en phosphore total — Méthode spectrophotométrique

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination de la teneur en phosphore total des amidons, féculés et produits dérivés, dont la teneur escomptée est inférieure à 5 % (*m/m*) en phosphore (P).

2 Définition

teneur en phosphore total : Quantité de phosphore déterminée selon les conditions décrites dans la présente Norme internationale, et exprimée en phosphore (P), en pourcentage en masse du produit tel quel.

3 Principe

Destruction des matières organiques par minéralisation à l'aide d'un mélange sulfo-nitrique et transformation des phosphates en orthophosphates.

Formation au moyen d'un agent réducteur du phosphomolybdate appelé bleu de molybdène.

Mesurage photométrique de l'intensité de la coloration bleue à une longueur d'onde de 825 nm.

4 Réactifs

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

4.1 Réactif sulfo-nitrique.

Mélanger 1 partie en volume de solution d'acide sulfurique, ρ_{20} 1,84 g/ml, solution à 96 % (*m/m*) et 1 partie en volume de solution d'acide nitrique, ρ_{20} 1,38 g/ml, solution à 65 % (*m/m*).

4.2 Acide nitrique, ρ_{20} 1,38 g/ml, solution à 65 % (*m/m*).

4.3 Acide ascorbique, solution à 50 g/l.

Conserver cette solution au réfrigérateur, et au maximum 48 h.

4.4 Molybdate d'ammonium, solution.

Dans une fiole de 1 l, dissoudre 10,6 g de molybdate d'ammonium tétrahydraté $[(NH_4)_6Mo_7O_{24} \cdot 4H_2O]$ dans 500 ml d'eau.

Ajouter 500 ml de solution d'acide sulfurique à 10 mol/l, mélanger et laisser refroidir à la température ambiante.

4.5 Hydroxyde de sodium, solution à 10 mol/l.

4.6 Phosphate, solutions étalons.

4.6.1 Solution étalon de réserve, correspondant à 100 mg de P par litre.

Peser, à 0,5 mg près, 0,439 3 g de dihydrogénophosphate de potassium anhydre et les dissoudre dans de l'eau. Transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 1 000 ml.

Ajuster au trait repère avec de l'eau et mélanger.

1 ml de cette solution étalon contient 100 μ g de P.

NOTE — Le dihydrogénophosphate de potassium doit être séché durant 1 h avant utilisation dans une étuve réglée à 105 ± 2 °C, puis refroidi dans un dessiccateur.

4.6.2 Solution étalon de travail, correspondant à 4 mg de P par litre.

Prélever, à l'aide d'une pipette, 10 ml de la solution de réserve (4.6.1) et les introduire dans une fiole jaugée de 250 ml.

Ajuster au trait repère avec de l'eau et mélanger.

1 ml de cette solution étalon contient 4 μ g de P.

5 Appareillage

NOTE — S'assurer que les détergents utilisés pour le nettoyage de la verrerie ne contiennent pas de phosphore.

Matériel courant de laboratoire, et notamment

5.1 Fioles jaugées, de 50 - 100 - 200 - 250 et 500 ml de capacités, conformes aux spécifications de l'ISO 1042.

5.2 Fioles coniques, de 50 ml de capacité.

5.3 Fioles d'attaque, de 100 ml de capacité.

5.4 Pipettes jaugées, de 1 - 2 - 5 - 10 - 15 et 25 ml de capacités, conformes aux spécifications de l'ISO 648.

5.5 Bain de refroidissement à circulation, dont la température est comprise entre 15 et 25 °C.

5.6 Bain d'eau bouillante.

5.7 Plaque chauffante.

5.8 Dessiccateur, garni d'un déshydratant efficace.

5.9 Spectrophotomètre, équipé de cuves de 1,0 cm d'épaisseur, pouvant mesurer à une longueur d'onde de 825 nm.

5.10 Balance analytique.

6 Mode opératoire

L'établissement de la courbe d'étalonnage et le dosage doivent être effectués en moins de 2 h.

6.1 Établissement de la courbe d'étalonnage

Prendre une série de sept fioles coniques de 50 ml (5.2). Introduire dans six d'entre elles, à l'aide d'une pipette (5.4) 1,0 - 2,0 - 3,0 - 4,0 - 5,0 et 10,0 ml de la solution étalon de travail (4.6.2), correspondant à 4 - 8 - 12 - 16 - 20 et 40 µg de P.

Dans chacune des sept fioles, ajouter de l'eau pour arriver approximativement à un volume total de 30 ml. Mélanger.

Ajouter dans chacune des fioles à l'aide d'une pipette et dans l'ordre, 4 ml de la solution de molybdate (4.4) et 2 ml de la solution d'acide ascorbique (4.3). Mélanger après chaque addition.

Placer les sept fioles dans le bain d'eau bouillante (5.6) durant 10 min.

Refroidir ensuite à la température ambiante en immergeant les fioles dans le bain de refroidissement (5.5). Transvaser quantitativement le contenu des fioles dans des fioles jaugées de 50 ml (5.1). Ajuster au trait repère avec de l'eau et mélanger.

Déterminer à l'aide du spectrophotomètre (5.9), dans une cuve de 1 cm, l'absorbance à 825 nm de chacune des six solutions, en prenant la fiole ne contenant pas de solution étalon comme témoin. Tracer la courbe d'étalonnage donnant le nombre de microgrammes de phosphore en fonction de l'absorbance.

6.2 Préparation de l'échantillon pour essai

Mélanger soigneusement l'échantillon.

6.3 Prise d'essai

Peser, à 0,2 mg près, 0,5 g de l'échantillon pour essai (6.2). Cette masse correspond à une gamme d'absorbance comprise entre 0,1 et 0,7; dans le cas contraire, modifier la prise d'essai en conséquence (voir le tableau).

6.4 Minéralisation

Transvaser la prise d'essai (6.3) dans une fiole d'attaque (5.3). Ajouter 15 ml de mélange sulfo-nitrique (4.1). Bien mélanger. Placer la fiole sur la plaque chauffante (5.7). Chauffer progressivement jusqu'à ébullition douce du liquide dans la fiole. Continuer l'ébullition jusqu'à ce que les vapeurs brunes soient remplacées par des vapeurs blanches et que le liquide soit devenu limpide.

Une couleur sombre persistante peut être éliminée en ajoutant goutte à goutte de la solution de l'acide nitrique (4.2) en poursuivant la minéralisation.

Laisser refroidir, puis ajouter 10 ml d'eau et éliminer l'excès de solution d'acide nitrique par chauffage jusqu'à ce que la fiole soit de nouveau remplie de vapeurs blanches.

6.5 Préparation de la solution d'essai

Refroidir à nouveau le mélange (voir 6.4) et ajouter 45 ml d'eau. Ajuster le pH à 7 avec la solution d'hydroxyde de sodium (4.5). Transvaser le contenu de la fiole d'attaque dans une fiole jaugée de volume approprié (5.1). Ajuster au trait repère avec de l'eau. Mélanger soigneusement.

6.6 Détermination

Prélever une partie aliquote (voir le tableau) et l'introduire dans une fiole conique de 50 ml.

Ajouter alors à l'aide d'une pipette et dans l'ordre, 4 ml de solution de molybdate (4.4) et 2 ml de solution d'acide ascorbique (4.3), mélanger après chaque addition.

Placer la fiole dans le bain d'eau bouillante (5.6) durant 10 min.

Refroidir à la température ambiante en immergeant la fiole dans le bain de refroidissement (5.5). Transvaser quantitativement le contenu dans une fiole jaugée de 50 ml (5.1). Ajuster au trait repère avec de l'eau et mélanger.

Déterminer l'absorbance de cette solution à l'aide d'un spectrophotomètre (5.9) muni d'une cuve de 1 cm et réglé à 825 nm.

Lire sur la courbe d'étalonnage (voir 6.1) la correspondance en microgrammes de phosphore.

6.7 Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc dans les mêmes conditions que la détermination, mais en remplaçant la prise d'essai par de l'eau.

6.8 Nombre de déterminations

Effectuer deux déterminations sur le même échantillon pour essai (6.2).

7 Expression des résultats

7.1 Mode de calcul et formule

La teneur en phosphore total (P), exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$\frac{m_1 \times V_0 \times 100}{m_0 \times V_1 \times 10^6}$$

où

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai (6.3);

m_1 est la teneur, en microgrammes, de phosphore de la solution d'essai lue sur la courbe d'étalonnage (6.1);

V_0 est le volume de dilution, en millilitres, de la solution d'essai (6.5);

V_1 est le volume, en millilitres, de la partie aliquote utilisée pour la détermination (6.6).

Prendre comme résultat la moyenne arithmétique des deux déterminations si les conditions de répétabilité (voir 7.2) sont remplies. Dans le cas contraire, refaire l'essai.

7.2 Répétabilité

La différence entre les résultats de deux déterminations effectuées en même temps, par le même analyste, sur le même échantillon pour essai (6.2), ne doit pas dépasser

— 2 % de leur moyenne arithmétique dans le cas de teneurs en phosphore supérieures à 0,2 % (m/m);

— 0,004 g de phosphore pour 100 g de produit dans le cas de teneurs en phosphore inférieures à 0,2 % (m/m).

8 Procès-verbal d'essai

Le procès-verbal doit indiquer la méthode utilisée et les résultats obtenus. Il doit, en outre, mentionner tous les détails opératoires non prévus dans la présente Norme internationale, ou fautatifs, 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.

ISO 3946:1982
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b351e1e9-3cb2-4865-8c55-20939e71b466/iso-3946-1982>

Tableau

Teneur présumée en phosphore % (m/m)	Masse de la prise d'essai (voir 6.3) g	Volume de dilution (voir 6.5) ml	Volume de la partie aliquote (voir 6.6) ml
< 0,05	0,500	100	25
0,05 à 0,10	0,500	100	10
0,10 à 0,25	0,500	100	2
0,25 à 0,50	0,500	200	2
0,50 à 1,00	0,250	250	2
1,00 à 2,00	0,125	250	2
2,00 à 5,00	0,125	500	2

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3946:1982

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b351e1e9-3cb2-4865-8c55-20939e71b466/iso-3946-1982>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3946:1982

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b351e1e9-3cb2-4865-8c55-20939e71b466/iso-3946-1982>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3946:1982

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b351e1e9-3cb2-4865-8c55-20939e71b466/iso-3946-1982>