

DECISION**du Comité de Ministres de l'Union économique Benelux
concernant l'application de méthodes d'analyse de référence Benelux
en matière de sel destiné à la consommation humaine****M (76) 2**

Le Comité de Ministres de l'Union économique Benelux,

Vu l'article 1^{er} du Protocole du 29 avril 1969, relatif à la suppression des contrôles et formalités aux frontières intérieures du Benelux et à la suppression des entraves à la libre circulation,

Vu la Recommandation du Comité de Ministres du 29 janvier 1968, relative à l'harmonisation des législations en matière de sel destiné à la consommation humaine, M (68) 14,

Considérant qu'il y a lieu d'éviter des contestations nées de l'application de techniques d'analyse différentes ou de l'emploi de normes différentes,

Considérant qu'en particulier l'harmonisation du contrôle des denrées alimentaire exige la mise en œuvre de techniques identiques ou équivalentes et l'emploi de modes d'expression semblables et le recours à des normes identiques ou équivalentes,

A pris la décision suivante :

Article unique

1. Les Gouvernements des trois pays du Benelux prendront les mesures nécessaires pour que les dispositions reprises dans le Règlement annexé à la présente Décision soient considérées à partir du 1^{er} septembre 1976 comme seule méthode de référence.
2. Dans les 6 mois qui suivent l'expiration du délai prévu au § 1, chacun des trois Gouvernements fait rapport au Comité de Ministres sur les mesures qui ont été prises pour l'exécution de cette Décision. Le texte des mesures d'exécution nationales sera joint à ce rapport.

FAIT à Bruxelles, le 26 janvier 1976.

Le Président du Comité de Ministres,

G. THORN

METHODES D'ANALYSE DE REFERENCE
en matière de sel
M (76) 2, Annexe 1

1. Teneur en chlorure de sodium du sel

Réactifs

Thiocyanate de potassium 0,1 n

Nitrobenzène

Acide nitrique 4 n

Fer III sulfate d'ammonium : solution saturée

Nitrate d'argent 0,1 n

- 1.1. Peser environ 0,6 g de sel à 1 mg près, dissoudre dans un ballon jaugé de 100 ml, compléter et pipeter 10 ml dans un vase conique de 300 ml.

Ajouter 5 ml d'acide nitrique et 1 ml de solution saturée de fer III sulfate d'ammonium.

Pipeter 25 ml de nitrate d'argent dans le vase conique, ajouter 3 ml de nitrobenzène, agiter fortement jusqu'à précipitation. A l'aide de la solution de thiocyanate de potassium titrer en retour l'excès de nitrate d'argent.

Calculer la teneur en chlorure de sodium :

$$\% \text{ NaCl} = \frac{(25 t_1 - V_1 t_2) 58,43}{M} \text{ où}$$

t_1 = titre AgNO_3

t_2 = titre KCNS

V = nombre de ml de KCNS utilisés

M = quantité, en grammes, de l'échantillon pesé

2. Humidité

- 2.1. Peser environ 2 g de sel, à 1 mg près, dans une capsule de porcelaine préalablement séchée. Sécher à $\pm 105^\circ \text{C}$ jusqu'à poids constant.

$$\text{TENEUR EN HUMIDITE} = \frac{b \times 100}{a} \% \text{ où}$$

a = quantité de sel pesée, en grammes

b = perte de poids du sel en grammes.

3. Dosage de l'hexacyanoferrate de potassium (II) dans le sel de cuisine

Réactifs

Hydroxyde de potassium 0,1 n

Acide sulfurique 4 n

Réactif chromogène : dissoudre 100 g de sulfate d'ammonium-fer (II) p.a. et 10 g de sulfate d'ammonium-fer (III) p.a. dans de l'eau distillée additionnée de 50 ml d'acide sulfurique 4 n. Porter à 1000 ml avec de l'eau distillée. Conserver la solution dans un flacon de verre foncé.

Réactif au phosphate : dissoudre 70 g de dihydrogénophosphate de potassium dans de l'eau distillée contenant 12,5 ml d'acide sulfurique 4 n. Porter à 1000 ml avec de l'eau distillée.

Solution étalon d'hexacyanoferrate (II) de potassium : dissoudre 11,47 g d'hexacyanoferrate (II) de potassium p.a. dans 800 ml d'eau exempte de CO₂. Ajouter 10 ml d'hydroxyde de potassium 0,1 n et compléter jusqu'à 1000 ml avec de l'eau exempte de CO₂. Conserver cette solution étalon concentrée dans l'obscurité.

Pipeter 10 ml de la solution étalon concentrée dans un ballon jaugé de 1 l. Ajouter 10 ml d'hydroxyde de potassium 0,1 n et compléter jusqu'au trait avec de l'eau distillée. Cette solution doit être préparée extemporanément.

1 ml de la solution étalon diluée = 0,1 mg de K₄Fe(CN)₆.

- 3.1. Peser exactement 10 g de l'échantillon dans un vase conique de 100 ml à bouchon rodé. Dissoudre dans 40 ml d'eau distillée. Ajouter 2 ml d'hydroxyde de potassium, boucher le vase et agiter. Ajouter 1 ml d'acide sulfurique et 2 ml de réactif chromogène, agiter vivement et laisser reposer pendant 2 minutes. Ajouter ensuite 3 ml de réactif au phosphate et agiter. Transférer la solution dans une cuvette de colorimètre de 50 ml.
- 3.2. Après 5 minutes, comparer la coloration à une échelle de référence préparée comme suit.
- 3.3. A 10 g de chlorure de sodium p.a., ajouter respectivement 0,2 - 0,3 - 0,4 - 0,5 - 0,6 et 0,7 ml de la solution étalon diluée et procéder comme il est dit ci-dessus pour l'échantillon. Préparer toujours l'échelle de référence au moment de l'examen de l'échantillon.

4. Composants insolubles

- 4.1. Peser environ 10 g de sel, à 10 mg près. Dissoudre dans ± 50 ml d'eau et filtrer sur un creuset filtrant G 4 séché et taré. Laver le creuset à l'aide de ± 35 ml d'eau. Recueillir le filtrat et l'eau de lavage dans un ballon jaugé de 100 ml, compléter jusqu'à 100 ml et mélanger. Cette solution est utilisée pour le dosage du SiO₂ colloïdal dissous.

4.2. Poursuivre le lavage du creuset à l'eau jusqu'à ce que l'eau de lavage soit exempte de chlorure. Sécher le creuset et peser.

4.3. Teneur en composants insolubles : 0

$$0 = \frac{b \times 100}{a} \% \text{ où}$$

a = quantité pesée de sel en grammes

b = composants insolubles dans le creuset, en grammes.

5. Silicate colloïdal dissous

Réactifs

Tous les réactifs sont préparés avec de l'eau contenant le moins possible de silicate, ce que l'on obtient en la distillant ou la déminéralisant soigneusement. Conserver l'eau et tous les réactifs dans des flacons de polythène.

— Solution de molybdate : dissoudre 89 g de molybdate d'ammonium $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ dans 800 ml d'eau.

Tout en mélangeant ajouter prudemment 62 ml d'acide sulfurique (d 1,84) à environ 50 ml d'eau et laisser refroidir jusqu'à température ambiante. Tout en remuant, ajouter prudemment cet acide dilué à la solution de molybdate également froide, diluer à 1 litre et mélanger.

— Solution d'acide tartrique : dissoudre 25 g d'acide tartrique dans 100 ml d'eau.

— Solution réductrice : dissoudre 2,4 g de sulfite de sodium ($\text{Na}_2\text{SO}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) et 200 mg de 1-amino-2-naphtol 4 acide sulfonique dans environ 70 ml d'eau. Ajouter ensuite 14 g de disulfite de potassium ($\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_5$) et diluer à 100 ml.

Cette solution se conserve pendant une semaine.

— Solution étalon (1 ml = 1,00 mg SiO_2) : dans une capsule de platine, chauffer au rouge 1,00 g de fine poudre de quartz pure et 5 g de carbonate de sodium anhydre.

Refroidir lorsque la matière en fusion est devenue limpide. Reprendre par de l'eau et diluer à 1 litre dans un ballon jaugé, mélanger.

Préparer par dilution une solution contenant 25 mg de SiO_2 par litre.

Cette solution ne se conserve pas.

— Appareillage : Un spectrophotomètre pour mesures à 810 nm.

— Des ballons jaugés de 100 ml en pyrex ou autre verre dur qui ne cède pas de SiO_2 en quantité appréciable. Contrôler cette propriété en mesurant l'extinction d'un essai à blanc exécuté dans les récipients après dégraissage.

- 5.1. Dans un ballon jaugé de 100 ml, pipeter 50 ml du filtrat obtenu selon 4.1.
- 5.2. Ajouter 2,5 ml de la solution de molybdate et mélanger.
- 5.3. Après 10 minutes, ajouter 2,5 ml de la solution d'acide tartrique et mélanger.
- 5.4. Attendre encore 5 minutes, et ajouter environ 25 ml d'eau et 2 ml de la solution réductrice. Compléter jusqu'au trait et mélanger.
- 5.5. Après 30 minutes, mesurer l'extinction corrigée E_1 par rapport à un blanc (50 ml d'eau distillée traitée comme l'échantillon d'analyse), à 810 nm.
- 5.6. Etablir une droite d'étalonnage en partant d'une série de solutions dont la teneur en SiO_2 est connue : dans des ballons de 100 ml, pipeter 0,2, 0,5, 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9 et 10 ml d'une solution étalon contenant 25 mg de SiO_2 par litre, ajouter de l'eau jusqu'à 50 ml et traiter ces solutions comme en 5.2. 5.3. et 5.4.

6. Cuivre et plomb

Réactifs

Utiliser des réactifs de qualité pour analyse. Préparer tous les réactifs à l'aide d'eau distillée purifiée comme suit : distiller, dans un appareil entièrement en verre, de l'eau distillée additionnée d'un peu d'hydroxyde de sodium et de quelques cristaux de permanganate de potassium. Eviter soigneusement toute contamination par le plomb, le cuivre et le zinc en conservant les réactifs dans du verre qui ne cède pas ces métaux à la solution. Poser les mêmes exigences à la verrerie utilisée pour la recherche. Pour la titration, utiliser de préférence une micro-burette aspirante d'une contenance de 5 ml, protégée de la lumière directe par du papier noir. Une burette ordinaire de 5 ml en verre brun peut également être utilisée.

Solution de dithizone à 0,1 % (solution dz)

Dissoudre 100 mg de dithizone ($C_{13}H_{12}N_2S$) dans 100 ml de chloroforme et conserver cette solution dans un flacon en verre brun à environ + 4 °C

Solution de dithizone diluée pour le dosage du cuivre

Diluer la solution de dithizone ca. 1 : 10 à l'aide de tétrachlorure de carbone. Titrer la solution pour faire correspondre 1 ml à 10 μg de cuivre (6.1.1.). Utiliser pour cela la solution témoin de cuivre. Cette solution doit être préparée et titrée chaque jour.

Solution de dithizone diluée pour le dosage du plomb

Diluer la solution de dithizone ca. 1 : 50 à l'aide de chloroforme. Titrer la solution pour faire correspondre 1 ml à 50 μg de plomb (6.2.1.). Cette solution doit être préparée et titrée chaque jour.

Solution témoin de cuivre : 1 ml = 10 µg de cuivre

Dans un ballon jaugé de 100 ml, dissoudre 100 mg de cuivre électrolytique dans 5 ml d'acide nitrique 4 m et compléter jusqu'à 100 ml à l'aide d'eau distillée (1 ml = 1.000 µg de cuivre).

Cette solution peut également être préparée en dissolvant, dans un ballon jaugé de 100 ml, 398 mg de sulfate de cuivre (CuSO₄,5 aq) dans de l'eau distillée, en ajoutant 5 ml d'acide nitrique 4 m et en complétant jusqu'à 100 ml avec de l'eau distillée.

Pipeter 10 ml de cette solution de cuivre dans un ballon jaugé de 1 litre, ajouter 5 ml d'acide nitrique 4 m et compléter jusqu'au trait par de l'eau distillée.

Solution de citrate de sodium 300 g/l ()**Solution de chlorhydrate d'hydroxylamine 200 g/l (*)**Solution de cyanure de potassium 10 g/100 ml*

Préparation fraîche chaque semaine.

Acide nitrique 4 m

A l'aide d'eau distillée, compléter jusqu'à 1 litre, 269,7 ml d'acide nitrique concentré (66,5 % d₂₀ = 1,405).

Acide nitrique 1 m

Diluer de l'acide nitrique 4 m à l'aide d'eau distillée 1 : 3.

*Ammoniaque 25 % (d = 0,91)**Ammoniaque environ 3 m*

Diluer de l'ammoniaque 25 % à l'aide d'eau distillée 1 : 4.

Tampon phtalate acide potassique, pH = 2,2

Dans un ballon jaugé de 1 litre, dissoudre 204 g de phtalate acide de potassium (KHC₈H₄O₄) dans de l'eau distillée et compléter jusqu'au trait). Mélanger. Mélanger 50 ml de cette solution à 46,7 ml d'acide chlorhydrique 0,1 n et contrôler si la solution-tampon ainsi obtenue a un pH de 2,2.

*Chloroforme**Tétrachlorure de carbone***6.1. Cuivre**

- 6.1.1. Titrer la solution de dithizone diluée pour le dosage du cuivre en pipétant 2 ml de solution témoin de cuivre (1 ml = 10 µg) dans une ampoule à décantation de 100 ml dans laquelle ont été transférés environ 50 ml d'eau.

(*) Dissoudre respectivement 330 gr de citrate de sodium et 200 gr de chlorhydrate d'hydroxylamine dans 750 ml d'eau distillée. Porter le pH de ces solutions à 8,0 - 8,5 à l'aide d'une solution d'hydroxyde de sodium 4 n. Agiter quelques minutes avec 10 ml d'une solution dz 0,01 % dans du chloroforme. Éliminer la solution dz verte et laver au chloroforme jusqu'à décoloration. Neutraliser la quantité utilisée d'hydroxyde de sodium à l'aide d'une quantité équivalente d'acide chlorhydrique. Compléter jusqu'à 1000 ml avec de l'eau.

- 6.1.2. Ajouter 1 ml de solution de chlorhydrate d'hydroxylamine, de l'acide nitrique 1 m jusqu'au pH 2,2 (contrôler à l'aide de papier pH) et 5 ml de tampon de phtalate acide de potassium (pH 2,2).
- 6.1.3. A l'aide d'une burette, ajouter 1 ml de solution dz diluée dans du tétrachlorure de carbone et agiter pendant 3 minutes. Laisser s'écouler la couche violette de tétrachlorure et laver la couche aqueuse à l'aide de quelques ml de tétrachlorure de carbone. Répéter l'opération avec des quantités moindres de solution dz diluée jusqu'à ce que ce terme soit atteint, ce que l'on constate lorsqu'une nouvelle adjonction de solution dz reste verte. Après chaque adjonction de dz laver la couche aqueuse par quelques ml de tétrachlorure de carbone. Noter le nombre de millilitres de solution dz utilisé et calculer le nombre de microgrammes de cuivre correspondant à 1 ml de solution dz. Si nécessaire, diluer cette solution jusqu'à ce que 1 ml corresponde à 10 μ g de cuivre.
- 6.1.4. Peser environ 10 g de sel à 10 mg près et les transférer avec 50 ml d'eau dans une ampoule à décantation de 100 ml. Ne pas filtrer même si la solution est trouble.
- 6.1.5. Ajouter 1 ml de solution de chlorhydrate d'hydroxylamine et porter le pH à 0,5 avec de l'acide nitrique 4 m (contrôler avec du papier pH).
- 6.1.6. A l'aide d'une burette, ajouter 0,3 ml de solution dz diluée dans du chloroforme et agiter pendant 3 minutes afin d'éliminer le mercure qui pourrait s'y trouver. Si la solution de dz reste verte il n'y a pas ou très peu de mercure. Laisser s'écouler la couche de dz, laver avec quelques ml de chloroforme et poursuivre suivant 6.1.8.
- 6.1.7. Si la couche de chloroforme devient orange (le dithizonate de mercure est orange), la laisser s'écouler. Répéter l'opération chaque fois à l'aide de 0,3 ml de solution dz jusqu'à ce que la couleur reste verte. Après chaque extraction de dz laver la couche aqueuse avec quelques ml de chloroforme.
- 6.1.8. A l'aide d'ammoniaque 25 %, porter la couche aqueuse à pH = 2,2 (contrôler à l'aide de papier pH) et ajouter 5 ml de tampon de phtalate acide de potassium (pH 2,2).
- 6.1.9. A l'aide d'une burette, ajouter 0,5 ml de solution dz diluée dans du tétrachlorure de carbone et agiter pendant 3 minutes. Si la solution de dz reste verte, le sel contient moins de 0,5 mg de cuivre/kg.
- 6.1.10. Si la couche de tétrachlorure devient violette, la laisser s'écouler. Laver la couche aqueuse avec quelques ml de tétrachlorure de carbone qui sont ensuite éliminés. Poursuivre la titration chaque fois à l'aide de 0,2 ml de solution dz jusqu'à ce que le terme soit atteint, ce que l'on constate lorsqu'une nouvelle adjonction de 0,2 ml de solution de dz reste verte après 3 minutes d'agitation. Après chaque adjonction de dz, laver la couche aqueuse avec quelques ml de tétrachlorure de carbone.

- 6.1.11. Noter le nombre de millilitres de solution dz utilisé et calculer la teneur en cuivre en utilisant la formule suivante :

$$\text{teneur en cuivre} = \frac{a \times 10}{m} \text{ mg/kg.}$$

où

a = la quantité de solution de dz en ml

m = le nombre de grammes de sel utilisés pour le dosage.

6.2. Plomb

- 6.2.1. Titrer la solution dz diluée pour le dosage du plomb en pipetant 1 ml de la solution témoin de plomb (1 ml = 10 µg de plomb) dans une ampoule à décantation de 100 ml contenant environ 50 ml d'eau.
- 6.2.2. Ajouter 1 ml de solution de citrate de sodium et 1 ml de chlorhydrate d'hydroxylamine. Bien mélanger.
- 6.2.3. A l'aide d'ammoniaque 3 m, ajuster le pH à 8,5 (contrôler avec du papier pH). Ajouter ensuite 1 ml de solution de cyanure de potassium.
- 6.2.4. A l'aide d'une burette, ajouter 1 ml de solution dz diluée dans du chloroforme et agiter pendant 3 minutes. Laisser s'écouler la couche rouge de chloroforme et laver avec quelques ml de chloroforme. Poursuivre la titration en ajoutant chaque fois des petites quantités (0,2 ou 0,3 ml) de solution dz diluée jusqu'à ce que le terme soit atteint, ce que l'on constate lorsqu'une nouvelle adjonction de 0,2 ml de solution dz reste verte après 3 minutes d'agitation. Laver la couche aqueuse après chaque adjonction de dz avec quelques ml de chloroforme.
- Noter le nombre de millilitres de solution dz utilisé et calculer le nombre de microgrammes de plomb correspondant à 1 ml de solution dz.
- Si nécessaire, diluer cette solution jusqu'à ce que 1 ml corresponde à 5 µg de plomb.
- 6.2.5. Peser environ 10 g de sel à 10 mg près et le transférer dans une ampoule à décantation de 100 ml avec environ 50 ml d'eau. Ne pas filtrer même si la solution est trouble.
- 6.2.6. Ajouter 1 ml de solution de citrate de sodium et 1 ml de solution de chlorhydrate d'hydroxylamine. Bien mélanger.
- 6.2.7. A l'aide d'ammoniaque 3 m, ajuster le pH à 8,5 (contrôler à l'aide de papier pH). Ajouter ensuite 1 ml de solution de cyanure de potassium.
- 6.2.8. Ajouter quelques gouttes de chloroforme et agiter.

- 6.2.9. A l'aide d'une burette ajouter 0,2 ml de solution dz diluée dans du chloroforme et agiter pendant 3 minutes. Si la coloration de la solution de dz reste verte, l'échantillon contient moins de 0,1 mg de plomb/kg.
- 6.2.10. Si la couche de chloroforme devient rouge, laisser cette couche s'écouler. Laver la couche aqueuse avec quelques ml de chloroforme qui sont ensuite éliminés. Poursuivre la titration chaque fois à l'aide de 0,2 ml de solution dz jusqu'à ce que le terme soit atteint, ce que l'on constate lorsqu'une nouvelle adjonction de 0,2 ml de solution de dz reste verte après 3 minutes d'agitation. Après chaque adjonction de dz, laver la couche aqueuse avec quelques ml de chloroforme.
- 6.2.11. Noter le nombre de millilitres de solution dz utilisés et calculer la teneur en plomb en utilisant la formule suivante :

$$\text{teneur en plomb} = \frac{b \times 5}{m} \text{ mg/kg}$$

où

b = la quantité, en ml, de solution de dz

m = le nombre de grammes de sel utilisés pour la recherche.

7. Arsenic

7.1. Préparation de l'échantillon

- 7.1.1. Peser 10 grammes de sel de cuisine ou de sel nitraté dans un vase conique de 100 ml (figure 1, annexe II)
- 7.1.2. Les dissoudre dans 40 ml d'eau bidistillée et ajouter 200 mg d'urée p.a. à la solution de sel nitraté.

Remarque

Les opérations décrites sous 3 et 5 valent uniquement pour le sel nitraté.

- 7.1.3. Porter la solution de sel nitraté jusqu'à ébullition et la refroidir à la température ambiante.
- 7.1.4. Tout en agitant, ajouter, aussi bien à la solution de sel nitraté qu'à la solution de sel de cuisine, un mélange, refroidi à la température ambiante, de 10 ml d'eau bidistillée et de 10 ml d'acide sulfurique 98 % (d = 1,84) p.a.
- 7.1.5. Faire bouillir la solution de sel nitraté jusqu'à ce qu'elle ne dégage plus de gaz et la refroidir à la température ambiante.
- 7.1.6. Exécuter, pour les deux solutions, la détermination de l'arsenic de la façon décrite sous 7.2.
- 7.2. *Mesure de la teneur en arsenic*

7.2.1. Principe

Dans la solution de la denrée obtenue sous 7.1.1. l'arsenic est réduit en arsenic trivalent par de l'iodure de potassium et du chlorure d'étain (II). L'adjonction de zinc dégage de l'hydrogène qui réduit l'arsenic en arsenic hydrogéné gazeux. Le gaz d'arsenic hydrogéné est transféré, par une solution de diéthylthiocarbamate d'argent dans de la pyridine qui, de ce fait, prend une teinte allant du rouge clair au rouge foncé, en fonction de la concentration d'arsenic dans le résidu.

L'extinction de la solution de pyridine est mesurée à la longueur d'onde de 526 m.

7.2.2. Considérations générales

La verrerie décrite dans la présente prescription doit être traitée pendant 24 heures dans un bac contenant de l'acide nitrique 4 N et est, juste avant l'emploi, rincée à deux reprises à l'eau distillée puis à l'eau bidistillée. La verrerie jaugée doit ensuite être séchée. Les produits chimiques doivent avoir une teneur en arsenic aussi faible que possible et sont, de préférence, de qualité p.a.

Sauf indication contraire, l'eau utilisée doit être de qualité bidistillée.

7.2.3. Appareillage et accessoires

7.2.3.1. Appareil pour la détermination de l'arsenic (figure I, annexe II), constitué comme suit :

- un vase conique A, de 100 ml
- un rectificateur B
- une colonne d'absorption C

7.2.3.2. Bain-marie à thermostat ajusté à 55 °C.

7.2.3.3. Bain-marie à thermostat ajusté à 15 °C.

7.2.3.4. Feuille d'aluminium.

7.2.3.5. Spectrophomètre à longueur d'onde ajustable en permanence.

7.2.4. Réactifs

7.2.4.1. Acide chlorhydrique 36 % (d = 1,18) p.a.

7.2.4.2. Acide sulfurique 98 % (d = 1,84) p.a.

7.2.4.3. Trioxyde d'arsenic (As₂O₃) p.a.

7.2.4.4. Diéthylthiocarbamate d'argent (AgS.CS.N(C₂H₅)₂) p.a. qualité FLUKA (*).

7.2.4.5. Chlorure d'étain (II) p.a. SnCl₂.2H₂O.

(*) Les marques mentionnées ne constituent pas une recommandation, mais une simple identification.

- 7.2.4.6. Iodure de potassium p.a.
- 7.2.4.7. Pyridine ($d = \pm 0,980$) p.a.
- 7.2.4.8. Zinc p.a., granulé, 10 mesh max. 0,000005 % d'arsenic, qualité J.T. Baker (*).
- 7.2.4.9. Hydroxyde de sodium p.a.
- 7.2.4.10. Solution d'hydroxyde de sodium. Dissoudre 350 g d'hydroxyde de sodium p.a. dans de l'eau bidistillée, compléter jusqu'à 1000 ml et mélanger.
- 7.2.4.11. Solution d'iodure de potassium 15 % (m/v). Dissoudre 15 g d'iodure de potassium (2.4.6.) dans de l'eau bidistillée, verser jusqu'au trait dans un ballon jaugé de 100 ml et mélanger. Conserver la solution dans l'obscurité.
- 7.2.4.12. Solution de chlorure d'étain (II). Dissoudre 40 g de SnCl_2 (2.4.5.) dans un mélange de 25 ml d'eau bidistillée et de 75 ml d'acide chlorhydrique (2.4.1.). Si, après quelque temps, un dépôt se forme ou si la solution devient trouble, il faut préparer une solution fraîche.
- 7.2.4.13. Solution de diéthylthiocarbamate d'argent 0,5 % (m/v). Dissoudre 0,5 g de diéthylthiocarbamate d'argent (2.4.4.) dans 100 ml de pyridine (2.4.7.). Conserver la solution dans un flacon bien bouché, en un endroit obscur et frais. La solution se conserve pendant environ un mois.
- 7.2.4.14. Solution étalon d'arsenic.
- 7.2.4.14.1. Solution étalon : 100 μg As/ml.
Dissoudre 0,1320 g de trioxyde d'arsenic (2.4.3.), séché jusqu'à poids constant, dans 20 ml de solution d'hydroxyde de sodium (2.4.10.). Transférer quantitativement la solution au moyen de 100 ml d'eau bidistillée dans un ballon jaugé de 1000 ml, ajouter prudemment, tout en agitant, 10 ml d'acide sulfurique (2.4.2.). Compléter au trait avec de l'eau bidistillée et mélanger.
- 7.2.4.14.2. Solution étalon diluée : 1 μg As/ml.
Pipeter extemporanément 10 ml de la solution étalon (2.14.4.1.) dans un ballon jaugé de 1000 ml. Compléter au trait avec de l'eau bidistillée et mélanger.
- 7.2.4.15. Ouate à l'acétate de plomb.
Dissoudre 50 g d'acétate de plomb — $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ — dans 250 ml d'eau distillée. Tremper quelques tampons d'ouate dans cette solution, éliminer l'excédent d'eau et sécher l'ouate sous vide dans un exsiccateur. Utiliser du diphosphorepentoxyde (P_2O_5) comme agent desséchant.

(*) Les marques mentionnées ne constituent pas une recommandation, mais une simple identification.

7.2.5. *Mode opératoire*

- 7.2.5.1. A la solution obtenue sous VII.1., ajouter 2 ml de solution d'iodure de potassium (2.4.11.), mélanger, déposer 2 ml de solution de chlorure d'étain (II) (2.4.12.) dans le vase et mélanger une nouvelle fois.
- 7.2.5.2. Disposer, sans l'enfoncer, le bouchon sur le vase conique et placer le tout pendant 15 minutes dans un bain-marie réglé à 55 °C.
- 7.2.5.3. Retirer le vase du bain-marie et le refroidir dans un second bain réglé à 15 °C.
- 7.2.5.4. Pipeter 5 ml de la solution de diéthylthiocarbamate d'argent dans la colonne d'absorption (C) de la figure en annexe II, entourer la colonne de la feuille d'aluminium et déposer un tampon d'ouate à l'acétate de plomb dans le déflegmateur B.
- 7.2.5.5. Enduire les parties rodées du déflegmateur d'une couche de graisse au silicone et le relier à la colonne d'absorption à l'aide d'une pince appropriée.
- 7.2.5.6. Déposer 5 g de zinc (2.4.8.) dans le vase, placer immédiatement le déflegmateur et la colonne d'absorption sur le vase. Munir la pièce rodée d'une pince appropriée et placer l'ensemble pendant une heure dans un bain-marie réglé à 15 °C.

Remarque

De grandes quantités d'hydrogène se dégagent lors de la réaction entre le zinc et l'acide sulfurique. En raison du danger d'explosion, le dosage doit s'effectuer sous une hotte bien ventilée.

- 7.2.5.7. Dissocier le rectificateur et la colonne d'absorption, mélanger soigneusement le liquide d'absorption et transférer la solution de pyridine, de teinte rouge clair à rouge foncé, dans une cuvette de 1 cm.
- 7.2.5.8. Mesurer la densité optique (extinction) de la solution par rapport à la solution de diéthylthiocarbamate d'argent (2.4.13.) comme référence. Longueur d'onde 526 nm.
- 7.2.5.9. Exprimer la quantité d'arsenic, en μg , correspondant à l'extinction mesurée, à l'aide d'une courbe d'étalonnage (7.2.6.) et calculer la teneur en arsenic de l'échantillon en ppm, à l'aide de la formule :

$$\frac{a}{p} = \text{teneur en arsenic, en ppm}$$

où :

a = la quantité notée d'arsenic en μg
p = la quantité, en g, de la denrée pesée.

7.2.6. *Courbe d'étalonnage*

7.2.6.1. Dans cinq vases coniques de 100 ml (A, voir annexe II) pipeter successivement 3, 5, 8, 10 et 15 ml de la solution étalon diluée (2.4.14.2.) préparée extemporanément. Ajouter un mélange, refroidi à la température ambiante, de 30 ml d'eau bidistillée et de 10 ml d'acide sulfurique (2.4.2.), porter le volume total à 60 ml à l'aide d'eau bidistillée.

7.2.6.2. Exécuter les opérations décrites de (2.5.1.) à (2.5.8.) et, sur du papier millimétrique, exprimer les extinctions trouvées en fonction de la quantité d'arsenic en μg . Les points de mesure doivent se situer sur une ligne droite, passant par l'origine.

Remarque

Il faut contrôler la courbe d'étalonnage lors de chaque préparation d'une solution fraîche de diéthylthiocarbamate d'argent.

8. **Nitrite** : dans le sel nitrité.

Réactifs

— Eau distillée exempte d'ions nitrite et nitrate.

— Solution de nitrite de sodium

Dissoudre 500 mg de nitrite de sodium dans de l'eau distillée et diluer jusqu'à 1.000 ml. Diluer 10 ml de cette solution mère jusqu'à 500 ml dans un ballon jaugé.

1 ml de solution = 10 μg de nitrite de sodium.

— Solution chlorhydrique de sulfanilamide 0,2 %

Dissoudre 2,0 g de sulfanilamide dans 800 ml d'eau distillée. Chauffer au besoin. Refroidir et ajouter 100 ml d'acide chlorhydrique concentré en agitant. Compléter jusqu'à 1.000 ml.

— Solution d'acide chlorhydrique 5 n

Diluer 445 ml d'acide chlorhydrique concentré jusqu'à 1.000 ml avec de l'eau distillée.

— Solution de dichlorure de N-(naphtyl-1)-éthylène diammonium

Dissoudre 100 mg de dichlorure de N-(naphtyl-1)-éthylène diammonium dans de l'eau distillée et compléter à 100 ml. Préparer la solution extemporanément.

8.1. Peser, à 0,1 g près, 50 g de sel, les dissoudre dans de l'eau distillée et compléter jusqu'à 500 ml.

8.2. Pipeter 10 ml de cette solution dans un ballon jaugé de 500 ml et compléter au trait.

8.3. A l'aide d'une pipette, transférer dans un ballon jaugé de 100 ml une partie aliquote (p.ex. 5 ml) de la solution obtenue sous 8.2. Ajouter de l'eau distillée jusqu'à ce que le volume total s'élève à 60 ml environ. Après mélange ajouter à la pipette 10 ml de solution chlorhydrique de sulfanilamide et ensuite 6 ml de solution d'acide chlorhydrique 5 n. Mélanger et laisser reposer pendant 5 minutes.

- 8.4. Ajouter à l'aide d'une pipette 2 ml de la solution de dichlorure de N-(naphtyl-1)-éthylène diammonium, bien mélanger et laisser reposer pendant 3 minutes. Diluer à 100 ml, mélanger et mesurer en cuvette de 1 cm la densité optique de la solution à la longueur d'onde de 538 nm par rapport à de l'eau distillée et à un blanc préparé de façon identique. La différence mesurée en densité optique entre l'eau distillée et le blanc ne peut dépasser 0,004 E.
- 8.5. Etablir une droite d'étalonnage en mesurant les différences d'absorption entre des solutions renfermant des concentrations connues de nitrite de sodium et le blanc.
A cet effet, pipeter, dans une série de ballons jaugés de 100 ml, respectivement 0,0 - 2,0 - 4,0 - 6,0 - 8,0 - 10,0 ml de la solution de référence de nitrite (1 ml = 10 µg). Ajouter à chaque ballon de l'eau jusqu'à ce que le volume total atteigne environ 60 ml. Mélanger et procéder selon 8.3. et 8.4.
- 8.6. Calculer la teneur en nitrite de sodium en grammes par 100 grammes d'échantillon. A cette fin, déterminer, à l'aide de la droite d'étalonnage, le nombre de microgrammes de nitrite de sodium dans 100 ml de solution colorée.

Le pourcentage de nitrite de sodium dans l'échantillon est de :

$$\frac{0,05}{a} \times p$$

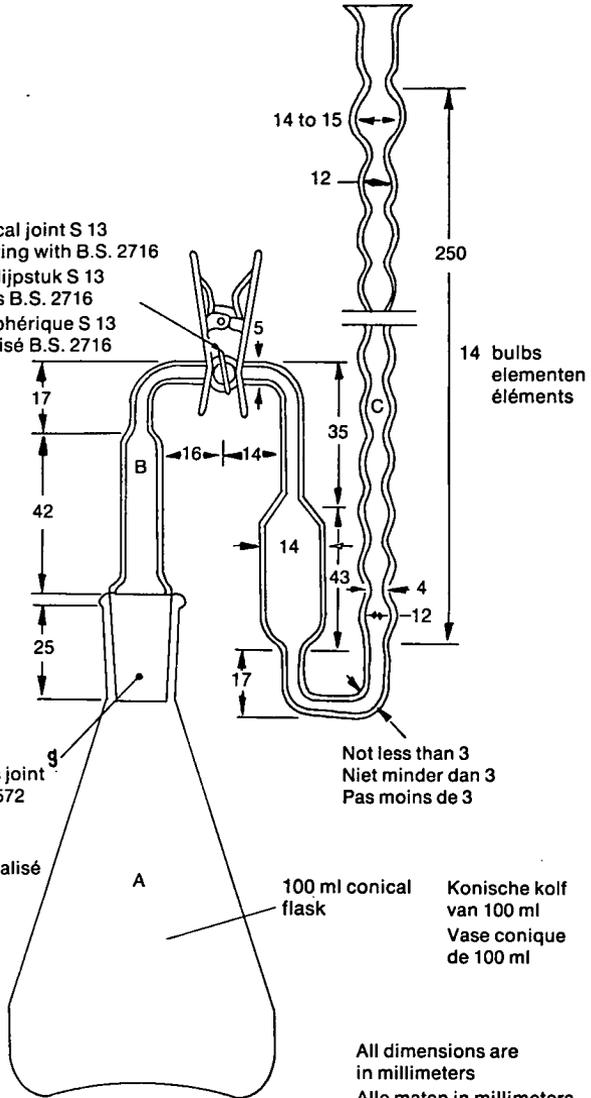
où

a = le nombre de millimètres de solution de sel utilisés en 8.3.

p = le nombre de micro-grammes de nitrite de sodium présents dans 100 ml de solution colorée.

Spherical joint S 13
 complying with B.S. 2716
 Kogelslijpstuk S 13
 volgens B.S. 2716
 Joint sphérique S 13
 normalisé B.S. 2716

B 14/23 ground glass joint
 complying with B.S. 572
 B 14/23 slijpstuk
 volgens B.S. 572
 B 14/23 rodage normalisé
 B.S.572



All dimensions are
 in millimeters
 Alle maten in millimeters
 Toutes les dimensions sont
 exprimées en millimètres