

---

Norme internationale



6490/2

---

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

---

**Aliments des animaux — Détermination de la teneur en calcium —  
Partie 2: Méthode par spectrométrie d'absorption atomique**

**iTeh STANDARD PREVIEW**

*Animal feeding stuffs — Determination of calcium content — Part 2: Atomic absorption spectrometric method*  
**(standards.iteh.ai)**

Première édition — 1983-11-01

[ISO 6490-2:1983](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/07e8b10f-e033-4b10-a21c-3c9854bc1ec9/iso-6490-2-1983>

## 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 6490/2 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits agricoles alimentaires*, et a été soumise aux comités membres en juillet 1982.

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

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

[ISO 6490-2:1983](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/07e8b10f-e033-4b10-a21c-3c9854bc-0000/iso-6490-2-1983)

Afrique du Sud, Rép. d'	Iran	Portugal
Australie	Iraq	Roumanie
Autriche	Irlande	Royaume-Uni
Canada	Israël	Sri Lanka
Chili	Italie	Tanzanie
Corée, Rép. de	Malaisie	Thaïlande
Égypte, Rép. arabe d'	Nouvelle-Zélande	URSS
Éthiopie	Pays-Bas	USA
France	Pérou	Yougoslavie
Hongrie	Philippines	
Inde	Pologne	

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

# Aliments des animaux — Détermination de la teneur en calcium —

## Partie 2: Méthode par spectrométrie d'absorption atomique

### 1 Objet et domaine d'application

La présente partie de l'ISO 6490 spécifie une méthode de détermination de la teneur en calcium par spectrométrie d'absorption atomique, dans les aliments des animaux.

La limite de détection se situe aux environs de 10 mg/kg.

### 2 Références

ISO 6497, *Aliments des animaux — Échantillonnage*.<sup>1)</sup>

ISO 6498, *Aliments des animaux — Préparation des échantillons pour essai*.<sup>1)</sup>

### 3 Principe

Après destruction éventuelle des matières organiques par incinération d'une prise d'essai, mise en solution du calcium par traitement à l'acide chlorhydrique puis dilution de la solution obtenue en présence de lanthane utilisé comme tampon spectral. Détermination de la teneur en calcium par spectrométrie d'absorption atomique.

### 4 Réactifs

Les réactifs doivent être de qualité analytique reconnue, et l'eau utilisée doit être de l'eau bidistillée, déionisée et distillée, ou bidéionisée.

**4.1 Acide chlorhydrique**, concentré ( $\rho_{20} = 1,18$  à 1,19 g/ml).

**4.2 Acide chlorhydrique**, solution à 6 mol/l.

**4.3 Chlorure de lanthane**, solution préparée de la façon suivante:

Dissoudre, dans une fiole jaugée de 1 000 ml, 25 g d'oxyde de lanthane à faible teneur en calcium, à l'aide de 75 ml d'acide chlorhydrique (4.1). Après réaction, laisser refroidir, ajouter un peu d'eau, agiter, ajuster au trait repère avec de l'eau et homogénéiser.

**4.4 Calcium**, solution étalon à 40 mg/l.

**4.4.1 Solution mère** à 1 g/l.

Peser 2,497 g de carbonate de calcium préalablement séché à 105 °C durant 1 h. Les introduire quantitativement dans une fiole jaugée de 1 000 ml en rinçant avec environ 100 ml d'eau. Ajouter 50 ml d'acide chlorhydrique (4.1) pour dissoudre le carbonate, ajuster au trait repère avec de l'eau et homogénéiser.

**4.4.2 Solution étalon** à 40 mg/l.

Prélever à l'aide d'une pipette 10 ml de la solution mère (4.4.1) et les introduire dans une fiole jaugée de 250 ml. Ajouter quelques gouttes d'acide chlorhydrique (4.1), ajuster au trait repère avec de l'eau et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 40 µg de Ca.

### 5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et notamment

**5.1 Four à moufle**, à chauffage électrique, de préférence en silice, réglable à  $550 \pm 10$  °C.

**5.2 Creusets à incinération**, en platine, ou à défaut en silice ou en porcelaine.

**5.3 Spectromètre d'absorption atomique**, équipé pour doser le calcium, à flamme air-acétylène.

**5.4 Papier filtre sans cendres**.

**5.5 Bêchers**, de 250 ml de capacité.

**5.6 Fioles jaugées**, de 100 et 250 ml de capacités.

**5.7 Pipettes**, permettant de délivrer 5 — 10 — 15 — 20 et 25 ml.

**5.8 Bain de sable** ou **plaque chauffante**, réglable à 150 °C environ.

**5.9 Balance analytique**.

1) Actuellement au stade de projet.

## 6 Échantillonnage

Prélever l'échantillon pour laboratoire conformément à l'ISO 6497.

## 7 Mode opératoire

### 7.1 Préparation de l'échantillon pour essai

Préparer l'échantillon pour essai conformément à l'ISO 6498.

### 7.2 Prise d'essai

#### 7.2.1 Échantillons contenant des matières organiques

Peser dans un creuset à incinération (5.2), à 1 mg près, de 1 à 5 g de l'échantillon pour essai selon la teneur en calcium présumée.

#### 7.2.2 Échantillons ne contenant pas de matières organiques

Introduire dans un bécher de 250 ml (5.5) de 1 à 5 g de l'échantillon pour essai selon la teneur en calcium présumée, pesés à 1 mg près.

### 7.3 Préparation de la solution d'essai

#### 7.3.1 Incinération et insolubilisation de la silice (uniquement dans le cas d'échantillons contenant des matières organiques)

Introduire le creuset dans le four à moufle (5.1) froid, fermer le four et élever progressivement sa température de manière à atteindre  $550 \pm 10$  °C en 1 h 30 min environ. Maintenir cette température jusqu'à obtention de cendres dépourvues de particules charbonneuses (si nécessaire maintenir cette température pendant 16 h, soit environ une nuit), puis retirer le creuset et le laisser refroidir. Transférer les cendres dans un bécher de 250 ml (5.5), humidifier les cendres avec de l'eau, puis rincer le creuset avec au total environ 5 ml d'acide chlorhydrique (4.1) que l'on ajoute avec précaution dans le bécher, une réaction violente pouvant se produire.

Évaporer ensuite à sec l'acide chlorhydrique sur le bain de sable ou la plaque chauffante (5.8) réglé à 150 °C environ.

#### 7.3.2 Mise en solution du calcium

**7.3.2.1** Ajouter dans le bécher contenant la prise d'essai (voir 7.2.2) ou les cendres après incinération et insolubilisation de la silice (voir 7.3.1), 15 ml de solution d'acide chlorhydrique (4.2), puis 120 ml d'eau et porter à ébullition.

Filtrer sur papier filtre (5.4) et recueillir le filtrat dans une fiole jaugée de 250 ml (5.6).

**7.3.2.2** Si le résidu sur le filtre présente seulement des traces de carbone, ne pas en tenir compte et laver le filtre avec 5 ml de solution d'acide chlorhydrique (4.2) et un peu d'eau chaude,

que l'on recueille dans la fiole jaugée. Compléter au trait repère avec de l'eau et homogénéiser.

**7.3.2.3** Si le résidu sur le filtre apparaît noir (présence de carbone), placer le filtre contenant le résidu dans un creuset (5.2) et incinérer à nouveau au four à moufle réglé à  $550 \pm 10$  °C jusqu'à disparition complète de toutes matières charbonneuses (cette opération demande en général 3 à 5 h). Laisser refroidir, ajouter 2 ml d'acide chlorhydrique (4.1) et évaporer à sec sur le bain de sable ou la plaque chauffante (5.8) réglé à 150 °C environ, puis ajouter 5 ml de solution d'acide chlorhydrique (4.2). Chauffer, filtrer sur papier filtre en récupérant cette solution dans la fiole jaugée de 250 ml contenant le filtrat recueilli précédemment (voir 7.3.2.1), laver le papier filtre avec de l'eau et ajuster au trait repère avec de l'eau. Homogénéiser.

NOTE — Dans le cas de l'analyse de produits tels que les phosphates aluminocalciques qui sont difficilement solubles dans l'acide chlorhydrique, il est recommandé d'effectuer une fusion alcaline comme suit :

Mélanger l'échantillon à analyser dans un creuset en platine avec 5 fois sa masse d'un mélange à parts égales de carbonate de potassium et de carbonate de sodium. Chauffer avec précaution jusqu'à fusion complète du mélange. Refroidir et dissoudre avec précaution le résidu dans la solution d'acide chlorhydrique (4.2) en procédant comme décrit en 7.3.2.

### 7.4 Essai à blanc

Préparer une solution de la même façon que la solution d'essai, en effectuant toutes les opérations spécifiées en 7.3 et utilisant tous les réactifs mais sans introduire de prise d'essai.

### 7.5 Établissement de la courbe d'étalonnage

#### 7.5.1 Préparation des solutions d'étalonnage

Préparer une série de six fioles jaugées de 100 ml (5.6) et introduire à l'aide d'une pipette (5.7) respectivement 0 — 5 — 10 — 15 — 20 et 25 ml de la solution étalon de calcium (4.4).

Ajouter dans chaque fiole 20 ml de la solution de chlorure de lanthane (4.3), compléter au trait repère avec de l'eau et mélanger.

Ces solutions correspondent respectivement à 0 — 2 — 4 — 6 — 8 et 10 µg de calcium par millilitre.

Cette série de solutions d'étalonnage est donnée à titre indicatif, étant entendu qu'en fonction de la sensibilité instrumentale elle peut être légèrement déplacée. Dans ce dernier cas, il appartient à l'opérateur de déterminer la dilution finale de la prise d'essai pour se trouver dans les meilleures conditions.

NOTE — Dans le cas de l'analyse de composés minéraux riches en métaux alcalins, il est recommandé de préparer les solutions d'étalonnage avec une solution contenant des ions sodium et potassium dans les mêmes proportions que celles du produit à analyser.

#### 7.5.2 Mesures spectrométriques

Mesurer les absorbances des solutions d'étalonnage (7.5.1) à l'aide du spectromètre d'absorption atomique (5.3), à une longueur d'onde de 422,7 nm, avec une flamme air-acétylène.

### 7.5.3 Tracé de la courbe d'étalonnage

Tracer la courbe d'étalonnage en portant, par exemple, sur l'axe des abscisses, les concentrations de calcium, en microgrammes par millilitre, et, sur l'axe des ordonnées, les absorbances correspondantes des solutions d'étalonnage.

### 7.6 Détermination

#### 7.6.1 Préparation des dilutions

Effectuer les dilutions en fonction de la teneur en calcium présumée.

À partir d'une partie aliquote de la solution obtenue, effectuer une première dilution à l'aide d'une fiole jaugée de capacité appropriée en complétant au trait repère avec de l'eau.

Effectuer une deuxième dilution en ajoutant dans une fiole jaugée de 100 ml, à une partie aliquote de la première dilution, 20 ml de la solution de chlorure de lanthane (4.3), puis compléter au trait repère avec de l'eau.

#### 7.6.2 Mesures spectrométriques

Mesurer les absorbances de la solution d'essai [deuxième dilution (7.6.1)] et de la solution d'essai à blanc (7.4) en suivant le mode opératoire décrit en 7.5.2.

Corriger l'absorbance de la solution d'essai si l'absorbance de la solution d'essai à blanc diffère de celle du terme zéro de la solution d'étalonnage.

### 7.7 Nombre de déterminations

Effectuer deux déterminations sur des prises d'essai provenant du même échantillon pour essai.

## 8 Expression des résultats

La teneur en calcium du produit tel quel, exprimée en pourcentage en masse, est égale à

$$\frac{c \times F}{40 \times m}$$

où

$c$  est la teneur en calcium, en microgrammes par millilitre de la solution d'essai, déterminée à partir de la courbe d'étalonnage (7.5.3);

$F$  est l'inverse du facteur de dilution de la solution d'essai (voir 7.6.1);

$m$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai (7.2).

## 9 Fidélité

Deux essais interlaboratoires organisés sur un plan national avec la participation de respectivement 13 et 12 laboratoires, chacun d'eux ayant effectué trois déterminations, a donné les résultats statistiques (évalués conformément à l'ISO 5725<sup>1)</sup> indiqués dans le tableau ci-dessous.

Tableau

Résultats exprimés en pourcentage en masse du produit tel quel

Échantillon	Aliment porc en granulés	Aliment poule en poudre	Farine de viande	Mélange à base de mono-diphos
Nombre de laboratoires retenus après élimination des aberrants	11	11	10	10
Moyenne	0,83	3,41	5,54	18,5
Écart-type de répétabilité ( $s_r$ )	0,03	0,05	0,07	0,20
Coefficient de variation de répétabilité	3,4 %	1,4 %	1,3 %	1,1 %
Répétabilité ( $2,83 \times s_r$ )	0,08	0,14	0,20	0,57
Écart-type de reproductibilité ( $s_R$ )	0,04	0,11	0,17	0,54
Coefficient de variation de reproductibilité	4,9 %	3,2 %	3,1 %	2,9 %
Reproductibilité ( $2,83 \times s_R$ )	0,11	0,31	0,48	1,53

## 10 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) ISO 5725, *Fidélité des méthodes d'essai — Détermination de la répétabilité et de la reproductibilité par essais interlaboratoires.*

Page blanche

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

ISO 6490-2:1983

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/07e8b10f-e033-4b10-a21c-3c9854bc1ec9/iso-6490-2-1983>

Page blanche

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

ISO 6490-2:1983

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/07e8b10f-e033-4b10-a21c-3c9854bc1ec9/iso-6490-2-1983>

Page blanche

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

ISO 6490-2:1983

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/07e8b10f-e033-4b10-a21c-3c9854bc1ec9/iso-6490-2-1983>