
**Lait et produits laitiers — Détermination
de la teneur en zinc — Méthode par
spectrométrie d'absorption atomique
avec flamme**

*Milk and milk products — Determination of zinc content — Flame atomic
absorption spectrometric method*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 11813:1998

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9f11ad65-2314-44a8-9573-9266185f2e62/iso-11813-1998>



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 Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 3.

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 11813 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits agricoles alimentaires*, sous-comité SC 5, *Lait et produits laitiers*, en collaboration avec la Fédération internationale de laiterie (FIL) et l'Association des chimistes analytiques officiels (AOAC International); elle sera également publiée par ces deux organisations.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 11813:1998](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9f11ad65-2314-44a8-9573-9266185f2e62/iso-11813-1998)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9f11ad65-2314-44a8-9573-9266185f2e62/iso-11813-1998>

© ISO 1998

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, 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
Internet iso@iso.ch

Imprimé en Suisse

Lait et produits laitiers — Détermination de la teneur en zinc — Méthode par spectrométrie d'absorption atomique avec flamme

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode par spectrométrie d'absorption atomique avec flamme pour la détermination de la teneur en zinc du lait et des produits laitiers. Cette méthode a été validée pour le mesurage de teneurs en zinc comprises entre 25 mg/kg et 70 mg/kg (sur sec) dans le lait et les produits laitiers.

2 Références normatives

Les documents normatifs suivants contiennent des dispositions qui par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Pour les références datées, les amendements ultérieurs ou les révisions de ces publications ne s'appliquent pas. Toutefois, les parties prenantes aux accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des documents normatifs indiqués ci-après. Pour les références non datées, la dernière édition du document normatif en référence s'applique. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 3696, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai*.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9f11ad65-2314-44a8-9573->

ISO 6732, *Lait et produits laitiers — Détermination de la teneur en fer — Méthode spectrométrique (Méthode de référence)*.

3 Terme et définition

Pour les besoins de la présente Norme internationale, le terme et la définition suivants s'appliquent.

3.1

teneur en zinc (du lait et des produits laitiers)

fraction massique des substances déterminées selon le mode opératoire décrit dans la présente Norme internationale

NOTE La teneur en zinc est conventionnellement exprimée en milligrammes par kilogramme de produit.

4 Principe

Incinération de l'échantillon dans un four à incinération programmable. Dissolution des cendres dans de l'acide chlorhydrique concentré et, après adjonction d'une solution de chlorure de strontium, dilution avec de l'eau. Mesure de la teneur en zinc de la solution résultante par spectrométrie d'absorption atomique avec flamme à longueur d'onde 213,9 nm, avec la correction de fond au deuterium ou selon Zeeman.

5 Réactifs

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue qui, à l'exception des solutions étalons de zinc (5.4), doivent tous être exempts de zinc. Utiliser uniquement de l'eau de qualité 2, conformément à l'ISO 3696.

NOTE Sauf indication contraire, l'utilisation des réactifs Aristar, Suprapur ou Ultrex¹⁾ ou des produits de pureté et de qualité équivalentes est fortement recommandée.

5.1 Acide chlorhydrique (HCl), concentré ($\rho_{20} = 1,17$ g/ml à 1,18 g/ml).

5.2 Solution de chlorure de strontium

Dissoudre 38,0 g de chlorure de strontium hexahydraté ($\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) dans l'eau et compléter avec de l'eau jusqu'à 250 ml.

NOTE Le chlorure de strontium hexahydraté de BDH (Spectrosol)¹⁾ ou un produit équivalent est satisfaisant.

5.3 Acide nitrique (HNO_3), concentré ($\rho_{20} = 1,42$ g/ml).

5.4 Solutions étalons de zinc

5.4.1 Solution mère de zinc, contenant 1 000 mg de zinc par litre d'acide nitrique à 0,3 mol/l (équivalent à 18,9 g/l d'acide nitrique).

NOTE L'utilisation de la «Baker Instra-Analyzed Atomic Spectral Solution n° 1.6946»¹⁾ convient.

5.4.2 Solution de travail de zinc, contenant 100 mg de zinc par litre. Ajouter à 10 ml de la solution mère de zinc (5.4.1) 1 ml d'acide nitrique (5.3) et compléter avec de l'eau jusqu'à 100 ml.

5.5 Solution étalon titre zéro

Diluer dans une fiole jaugée de 100 ml, 2,5 ml d'acide chlorhydrique (5.1) et 12,5 ml de la solution de chlorure de strontium (5.2) avec de l'eau jusqu'à 500 ml. Bien mélanger.

6 Appareillage

ISO 11813:1998

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9f11ad65-2314-44a8-9573-nitrique-5-10-%20de-fraction-massique>

Conserver la verrerie propre dans de l'acide nitrique à 10 % de fraction massique. Rincer trois fois avant utilisation avec de l'eau distillée puis trois fois avec de l'eau bidistillée.

Matériel courant de laboratoire et, en particulier, ce qui suit.

6.1 Creusets en quartz, d'une capacité de 50 ml, avec couvercles en quartz.

6.2 Fioles jaugées, de 100 ml et 250 ml de capacité.

6.3 Pipettes à piston manuel, de 0,2 ml, 1,0 ml et 5,0 ml de capacité.

6.4 Étuve de dessiccation, réglée à $102 \text{ °C} \pm 5 \text{ °C}$.

6.5 Four programmable pour l'incinération, ou équivalent, permettant d'atteindre une température minimale de 550 °C , selon un programme de montée en température de 50 °C/h .

NOTE Si un four programmable pour l'incinération n'est pas disponible, on pourra procéder à un réglage manuel de la température sur un four isotherme en augmentant la température de 50 °C .

6.6 Plaque chauffante, capable de maintenir une température d'environ 100 °C .

6.7 Bain d'eau bouillante.

¹⁾ Les réactifs Aristar, Suprapur, Ultrex et Spectrosol ainsi que la solution «Baker Instra-Analyzed Atomic Spectral Solution» sont des exemples de produits appropriés disponibles sur le marché. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente Norme internationale et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif des produits ainsi désignés. Des produits équivalents peuvent être utilisés s'il est démontré qu'ils conduisent aux mêmes résultats.

6.8 Spectromètre d'absorption atomique avec flamme, permettant de mesurer à la longueur d'onde de 213,9 nm avec une bande passante recommandée de 0,2 nm et un brûleur air/acétylène à fente unique de 10 cm avec correction de fond au deuterium ou selon Zeeman.

6.9 Balance analytique, capable de peser à 1 mg près.

7 Échantillonnage

L'échantillonnage ne fait pas partie de la méthode spécifiée dans la présente Norme internationale. Une méthode d'échantillonnage recommandée est donnée dans l'ISO 707 [1].

Il est important que le laboratoire reçoive un échantillon réellement représentatif, non endommagé ou modifié lors du transport et de l'entreposage.

Conserver l'échantillon de façon à éviter toute détérioration ou modification de sa composition. Éviter la contamination de l'échantillon par le zinc.

8 Préparation de l'échantillon pour essai

Préparer l'échantillon selon les instructions données dans l'ISO 6732 en évitant toute contamination par le zinc.

9 Mode opératoire

iTeh STANDARD PREVIEW

NOTE S'il est demandé de vérifier que l'on satisfait aux exigences données en ce qui concerne la limite de répétabilité (11.2), effectuer deux déterminations séparées conformément à 9.1 à 9.3.

9.1 Prise d'essai

ISO 11813:1998

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9f11ad65-2314-44a8-9573-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9f11ad65-2314-44a8-9573-02661852e62/iso-11813-1998)

Peser, à 1 mg près, $5 \text{ g} \pm 1 \text{ g}$ de l'échantillon préparé de lait (ou, pour un produit laitier, la quantité d'échantillon préparé correspondant à $0,5 \text{ g} \pm 0,1 \text{ g}$ de matière sèche) dans un creuset en quartz (6.1). Sécher le contenu soigneusement dans l'étuve (6.4) réglée à 102 °C.

9.2 Incinération

Chauffer le creuset en quartz contenant l'échantillon séché (9.1) dans le four à incinération (6.5) en passant de la température ambiante à 500 °C selon une programmation de température de 50 °C/h. Le maintenir à 500 °C pendant 3 h.

Laisser ensuite le contenu du creuset se refroidir à température ambiante dans un compartiment exempt de zinc. Si l'on n'obtient pas de cendres blanches, mouiller les cendres avec environ 0,5 ml d'eau puis trois gouttes d'acide nitrique (5.3).

Sécher les cendres soigneusement sur une plaque chauffante (6.6) ou sur un bain d'eau bouillante (6.7). Chauffer à nouveau dans le four à incinération (6.5) pendant 30 min à 500 °C.

9.3 Détermination

9.3.1 Préparation de la solution d'essai

Ajouter 0,5 ml d'eau et 0,5 ml d'acide chlorhydrique (5.1) aux cendres (9.2). Dissoudre les cendres et transférer quantitativement les cendres dissoutes avec de l'eau dans une fiole jaugée de 100 ml (6.2).

Ajouter au contenu de la fiole jaugée 2,5 ml de la solution de chlorure de strontium (5.2) à l'aide d'une pipette à piston de 5,0 ml (6.3). Compléter jusqu'au repère avec de l'eau et mélanger soigneusement.

9.3.2 Mesures spectrométriques par absorption atomique

Régler le spectromètre (6.8) à la longueur d'onde de 213,9 nm et ajuster les conditions de flamme de manière à obtenir une sensibilité et une fidélité optimales.

9.3.2.1 Étalonnage

Déposer dans quatre fioles jaugées de 100 ml (6.2) respectivement 0,2 ml, 0,4 ml, 0,6 ml et 0,8 ml de la solution de travail de zinc (5.4.2). Compléter avec la solution étalon titre zéro (5.5) jusqu'au repère et mélanger à fond. Ces solutions étalons contiennent respectivement 0,2 mg, 0,4 mg, 0,6 mg et 0,8 mg de zinc par litre.

Aspirer ensuite la solution étalon titre zéro (5.5) et les quatre solutions d'étalonnage, quatre fois chacune, et calculer les moyennes des valeurs d'absorbance.

Soustraire la moyenne de la valeur d'absorbance de la solution étalon titré zéro des moyennes des valeurs d'absorbance des solutions étalons. Porter sur un graphique les valeurs d'absorbance nettes ainsi obtenues en fonction des concentrations étalons.

NOTE Selon l'équipement des spectromètres, la soustraction peut également se faire par une mise à zéro automatique.

9.3.2.2 Mesure de la solution d'essai

Mesurer la solution d'essai (9.3.1) immédiatement après les mesures d'étalonnage, et dans les mêmes conditions.

Si le signal de la solution d'essai est supérieur à celui de la solution étalon la plus concentrée, diluer la solution d'essai avec la solution de titre zéro (5.5) (facteur de dilution f) et répéter les mesures.

Par intermittence, vérifier l'appareil et effectuer un contrôle de stabilité de l'étalonnage à l'aide de la solution étalon de zinc à 0,4 mg/l. Réaliser également des mesures d'étalonnage à la fin de chaque série de mesures et, pour une série plus importante, au milieu de la série.

Répéter chaque mesure quatre fois et calculer la moyenne de ces valeurs. Soustraire de cette valeur l'absorbance moyenne de la solution de titre zéro. Lire la concentration correspondante sur la courbe d'étalonnage (9.3.2.1).

10 Calcul et expression des résultats

Calculer la teneur en zinc de l'échantillon à l'aide de l'équation suivante:

$$w_s = \frac{c_s \cdot f \cdot V}{m}$$

où

w_s est la teneur en zinc de l'échantillon, en milligrammes par kilogramme;

c_s est la teneur en zinc de la solution d'essai, en milligrammes par litre, lue sur la courbe d'étalonnage (9.3.2.2);

f est le facteur de dilution [volume final de la solution d'essai (9.3.2.2) divisé par le volume de la solution d'essai initiale (9.3.1) utilisé pour la dilution];

V est le volume de la solution d'essai (9.3.1) en millilitres ($V = 100$ ml);

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai.

11 Fidélité

11.1 Essai interlaboratoires

Les valeurs de répétabilité et de reproductibilité ont été déduites des résultats d'un essai interlaboratoires conduit conformément à l'ISO 5725 (voir les références [2] et [3]). Les détails de l'essai interlaboratoires relatif à la fidélité de la méthode sont résumés dans la référence [4].

Les valeurs dérivées de cet essai peuvent ne pas s'appliquer aux plages de concentrations ou matrices autres que celles données.

11.2 Répétabilité

La différence absolue entre deux résultats d'essai individuels indépendants, obtenus à l'aide de la même méthode sur un matériau identique soumis à l'essai dans le même laboratoire par le même opérateur utilisant le même appareillage dans un court intervalle de temps, n'excédera 7 % de la moyenne arithmétique des deux résultats que dans 5 % des cas au plus.

11.3 Reproductibilité

La différence absolue entre deux résultats d'essai individuels, obtenus à l'aide de la même méthode sur un matériau identique soumis à l'essai dans des laboratoires différents par des opérateurs différents utilisant des appareillages différents, n'excédera 4 mg/kg d'extrait sec du produit que dans 5% des cas au plus.

12 Rapport d'essai

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Le rapport d'essai doit indiquer:

- tous les renseignements nécessaires à l'identification complète de l'échantillon;
- la méthode d'échantillonnage utilisée, si elle est connue;
- la méthode d'essai utilisée, avec la référence à la présente Norme internationale;
- tous les détails opératoires non prévus dans la présente Norme internationale, ou considérés comme facultatifs, ainsi que les détails sur les incidents éventuels susceptibles d'avoir agi sur le(les) résultat(s) d'essai;
- le(s) résultat(s) d'essai obtenu(s); ou
- si la répétabilité a été vérifiée, le résultat final cité qui a été obtenu.

Bibliographie

- [1] ISO 707, *Lait et produits laitiers — Lignes directrices pour l'échantillonnage*.
- [2] ISO 5725-1:1994, *Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure — Partie 1: Principes généraux et définitions*.
- [3] ISO 5725-2:1994, *Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure — Partie 2: Méthode de base pour la détermination de la répétabilité et de la reproductibilité d'une méthode de mesure normalisée*.
- [4] Collaborative study — Zinc in milk and milk products. *Bulletin of IDF*, **306**, 1995, pp. 2-19.
- [5] Koops J., Klomp H. et Westerbeek D., *Netherlands Milk & Dairy J.*, **40**, 1986, pp. 337-350.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 11813:1998](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9f11ad65-2314-44a8-9573-9266185f2e62/iso-11813-1998)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9f11ad65-2314-44a8-9573-9266185f2e62/iso-11813-1998>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 11813:1998

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9f11ad65-2314-44a8-9573-9266185f2e62/iso-11813-1998>