
**Amidons, féculés et produits dérivés —
Teneur en métaux lourds —**

Partie 2:

**Détermination de la teneur en mercure par
spectrométrie d'absorption atomique**

*Starch and derived products — Heavy metals content —
Part 2: Determination of mercury content by atomic absorption
spectrometry*

[ISO 11212-2:1997](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/044030e0-83e9-405e-b95a-ade25d5dd56/iso-11212-2-1997)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/044030e0-83e9-405e-b95a-ade25d5dd56/iso-11212-2-1997>



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 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 11212-2 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 93, *Amidon (amidons, féculés), dérivés et sous-produits*.

L'ISO 11212 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Amidons, féculés et produits dérivés — Teneur en métaux lourds*:

- *Partie 1: Détermination de la teneur en arsenic par spectrométrie d'absorption atomique*
- *Partie 2: Détermination de la teneur en mercure par spectrométrie d'absorption atomique*
- *Partie 3: Détermination de la teneur en plomb par spectrométrie d'absorption atomique avec atomisation électrothermique*
- *Partie 4: Détermination de la teneur en cadmium par spectrométrie d'absorption atomique avec atomisation électrothermique*

L'annexe A de la présente partie de l'ISO 11212 est donnée uniquement à titre d'information.

© ISO 1997

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 central@iso.ch
X.400 c=ch; a=400net; p=iso; o=isocs; s=central

Imprimé en Suisse

Amidons, féculés et produits dérivés — Teneur en métaux lourds —

Partie 2:

Détermination de la teneur en mercure par spectrométrie d'absorption atomique

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 11212 prescrit une méthode pour la détermination de la teneur en mercure dans les amidons, féculés, produits dérivés et sous-produits d'amidonnerie par spectrométrie d'absorption atomique avec génération de vapeur froide.

Les appareils générateurs de vapeur froide actuellement commercialisés utilisant des techniques très différentes, il est donc impossible de proposer une méthode détaillée susceptible de garantir l'obtention de résultats satisfaisants sur tous les types d'appareils. Il convient donc que chaque analyste procède à l'optimisation des conditions d'utilisation de son propre instrument sur la base des recommandations générales ou particulières qui lui sont données.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/044030e0-83e9-405e-b95a-ade25d5dd56/iso-11212-2-1997>

2 Définition

Pour les besoins de la présente partie de l'ISO 11212, la définition suivante s'applique.

2.1 teneur en mercure: Quantité de mercure déterminée selon les conditions décrites dans la présente méthode et exprimée en mercure (Hg), en microgrammes par kilogramme de produit tel quel.

3 Principe

Minéralisation de la matrice organique par voie humide. Réduction du mercure (Hg^{2+}) en mercure métallique par l'hydrogène produit par l'action du borohydrure de sodium (ou du chlorure d'étain) sur l'acide chlorhydrique. Entraînement de la vapeur de mercure par un courant gazeux et dosage du mercure monoatomique à l'état de vapeur par spectrométrie d'absorption atomique en cellule de quartz.

Mesurage de l'absorbance à une longueur d'onde de 253,7 nm.

Détermination de la concentration en mercure de l'échantillon à l'aide d'une courbe d'étalonnage.

4 Réactifs

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau distillée ou de pureté équivalente.

4.1 Acide nitrique ($\rho_{20} = 1,38 \text{ g/ml}$).

4.2 Peroxyde d'hydrogène, à 30 % (V/V).

4.3 Borohydrure de sodium, solution.

Préparer une solution à la concentration conseillée dans le manuel d'utilisation du générateur de vapeur froide (5.3).

4.4 Chlorure d'étain, solution.

Préparer une solution à la concentration conseillée dans le manuel d'utilisation du générateur de vapeur froide (5.3).

4.5 Acide chlorhydrique, solution.

Préparer une solution à la concentration conseillée dans le manuel d'utilisation du générateur de vapeur froide (5.3).

4.6 Mercure, solution étalon, à 1 g/l.

Des solutions étalons du commerce sont disponibles à cette concentration. Ces solutions peuvent également être préparées par pesée et dissolution de sel ou de métal de pureté connue.

4.7 Solution d'étalonnage

Avant chaque série de mesurages, préparer à partir de la solution étalon de mercure (4.6), au moins cinq solutions d'étalonnage couvrant la gamme des concentrations à doser. 100 ml de chacune de ces solutions d'étalonnage doit contenir 7,5 ml d'acide nitrique (4.1).

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

5 Appareillage

Toute la verrerie utilisée doit être préalablement lavée à l'aide de produits appropriés (tels que l'acide nitrique) et rincée à l'eau distillée afin d'éliminer toute trace de mercure.

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

5.1 Appareillage de minéralisation (voir figure 1), en verre borosilicaté, composé de trois éléments avec rodages coniques (5.1.1 à 5.1.3).

5.1.1 Tube extracteur de Soxhlet, de 200 ml de capacité, muni d'un robinet d'arrêt et d'un tube latéral reliant directement cet élément au ballon (5.1.3).

5.1.2 Réfrigérant, de 35 cm de longueur, relié au sommet du tube extracteur de Soxhlet (5.1.1).

5.1.3 Ballon, à fond rond, de 250 ml de capacité, relié à la partie inférieure du tube extracteur de Soxhlet (5.1.1).

Lorsque le robinet est ouvert, le dispositif est en position de reflux; lorsqu'il est fermé, le tube extracteur de Soxhlet permet de retenir les vapeurs condensées d'eau et d'acide.

5.2 Spectromètre d'absorption atomique, composé de cinq éléments (5.2.1 à 5.2.5).

5.2.1 Monochromateur, à haut pouvoir de résolution, permettant l'obtention d'une bande passante minimale de 0,2 nm.

5.2.2 Dispositif de correction de l'absorption, non spécifique.

5.2.3 Dispositif de réception photoélectrique et de mesure, dont le temps de réponse n'excède pas environ 10 ms.

5.2.4 Détecteur et système de traitement du signal, permettant d'enregistrer le signal et d'afficher l'absorbance maximale et/ou l'absorbance intégrée.

5.2.5 Lampe à décharge ou à cathode creuse, spécifique au mercure.

5.3 Générateur de vapeur froide de mercure, permettant la génération de vapeur froide de mercure et son transport dans une cuve de mesure chauffée, dont la longueur est adaptée au spectromètre, et équipé d'un dispositif de prélèvement automatique qui s'avère indispensable pour obtenir une bonne répétabilité et pour réduire les risques de contamination.

5.4 Pipettes et micropipettes, de capacités appropriées.

5.5 Balance analytique.

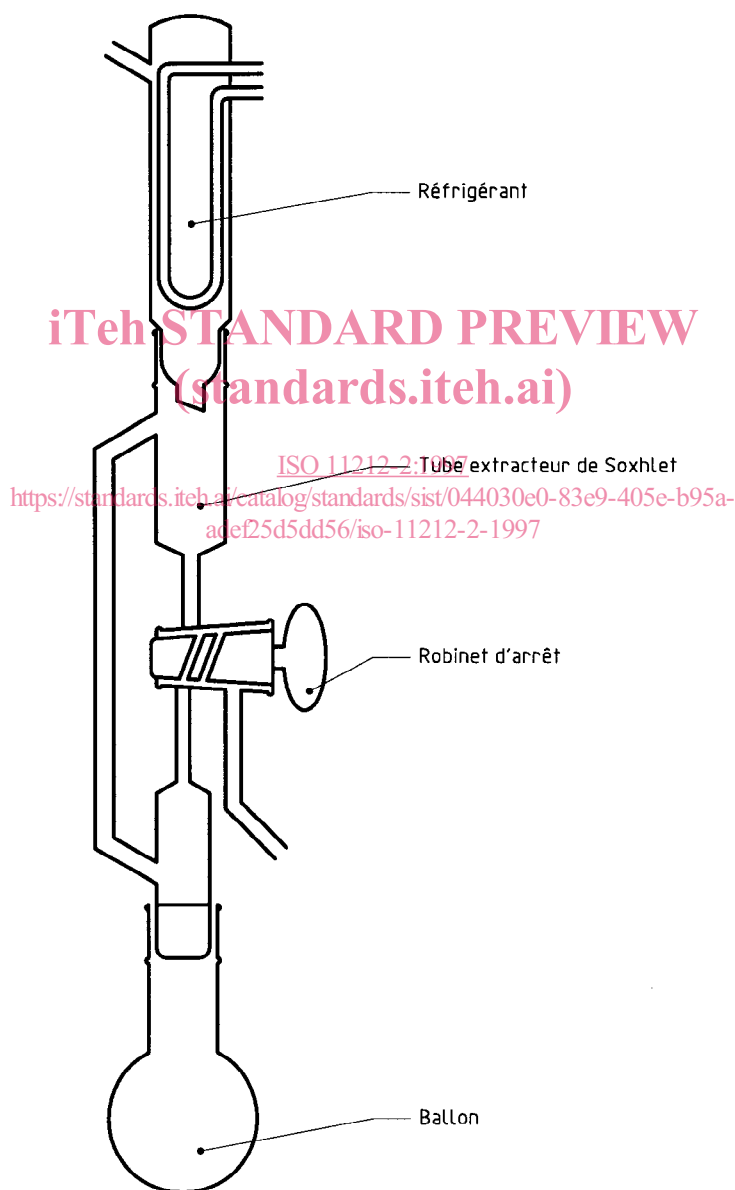


Figure 1 — Appareil de minéralisation

6 Mode opératoire

ATTENTION — Le mercure est hautement toxique et est un élément très volatil. Il est donc nécessaire de veiller à l'étanchéité du système au niveau des rodages et du robinet de mercure ainsi que d'éviter toute surchauffe au moment de la minéralisation, ceci afin d'éviter toute perte de vapeur.

6.1 Préparation de l'échantillon

Rendre l'échantillon bien homogène.

6.2 Minéralisation

Utiliser l'appareil de minéralisation décrit en 5.1.

Peser, à 1 mg près, environ 5 g de l'échantillon à analyser dans le ballon (5.1.3). Ajouter 27,5 ml d'acide nitrique (4.1) et 1 ml de peroxyde d'hydrogène (4.2). Distiller sous reflux pendant 4 h en laissant le robinet ouvert. Fermer le robinet, continuer à chauffer et distiller jusqu'à récupération d'environ $20 \text{ ml} \pm 1 \text{ ml}$ de liquide dans le tube extracteur de Soxhlet (5.1.1). Arrêter le chauffage et laisser refroidir le ballon. Séparer le ballon du tube extracteur de Soxhlet. Ajouter 20 ml d'eau dans le minéralisé du ballon, amener à ébullition pendant quelques minutes, arrêter le chauffage et laisser refroidir. Transvaser dans une fiole jaugée de 100 ml, compléter au volume avec de l'eau distillée et agiter.

NOTE — Pour obtenir une meilleure précision, le chlorure d'étain(II) ou la technique d'enrichissement d'un amalgame d'or peuvent être utilisés comme agent réducteur.

6.3 Essai à blanc

Effectuer la minéralisation dans les mêmes conditions qu'en 6.2 en remplaçant la prise d'essai par 5 ml d'eau.

6.4 Établissement de la courbe d'étalonnage

Effectuer l'analyse des solutions d'étalonnage (4.7) en se reportant au manuel d'utilisation du générateur de vapeur froide (5.3) et en ajoutant les quantités recommandées des solutions de chlorure d'étain(II) (4.4) et de borohydrure de sodium (4.3). Mesurer l'absorbance de chaque solution d'étalonnage à une longueur d'onde de 253,7 nm avec le spectromètre (5.2).

Tracer la courbe d'étalonnage en portant en abscisse les concentrations en mercure, en microgrammes par litre, des solutions d'étalonnage et en ordonnée, les valeurs correspondantes du signal, lues suivant le cas soit en absorbance maximale, soit en absorbance intégrée. En fonction de la longueur des séries d'analyses, la courbe d'étalonnage doit être vérifiée périodiquement.

6.5 Détermination

Mesurer l'absorbance des échantillons pour essai dans les mêmes conditions que les solutions d'étalonnage et comparer les résultats avec la courbe d'étalonnage préalablement tracée.

7 Expression des résultats

Par référence à la courbe d'étalonnage, déterminer les concentrations correspondant aux valeurs lues des signaux de la prise d'essai et de l'essai à blanc. La concentration en mercure dans l'échantillon, w , en microgrammes par kilogramme de produit tel quel, est donnée par l'équation:

$$w = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \times 100}{m}$$

où

ρ_1 est la valeur numérique de la concentration en mercure, en microgrammes par litre, de la solution d'essai (6.2) lue sur la courbe d'étalonnage (6.4);

ρ_0 est la valeur numérique de la concentration en mercure, en microgrammes par litre, de la solution de l'essai à blanc (6.3) lue sur la courbe d'étalonnage;

m est la valeur numérique de la masse, en grammes, de la prise d'essai (6.2).

NOTE — En utilisant cette méthode avec rigueur, la limite de quantification peut atteindre 20 µg/kg.

8 Fidélité

Les détails de l'essai interlaboratoire relatif à la fidélité de la méthode sont résumés dans l'annexe A. Les valeurs provenant de l'essai interlaboratoire peuvent ne pas être applicables aux plages de concentrations et aux matrices autres que celles données en annexe A.

8.1 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 et dans un court intervalle de temps, ne sera pas supérieure à la limite de répétabilité r déduite du tableau A.1 dans plus de 5 % des cas.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

8.2 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, ne sera pas supérieure à la limite de reproductibilité R déduite du tableau A.1 dans plus de 5 % des cas.

9 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit indiquer:

- la méthode selon laquelle l'échantillonnage a été effectué, si elle est connue;
- la méthode utilisée;
- le(s) résultat(s) d'essai obtenu(s); et
- si la répétabilité a été vérifiée, le résultat final cité qui a été 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(s) résultat(s) d'essai.

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

Annexe A (informative)

Résultats de l'essai interlaboratoire

Un essai interlaboratoire organisé sur le plan international a été réalisé par 12 laboratoires en 1993. Les résultats statistiques indiqués dans le tableau A.1 ont été déterminés conformément à l'ISO 5725¹⁾.

Tableau A.1 — Essai interlaboratoire sur l'amidon de maïs

Paramètre	Échantillon ¹⁾		
	FT	HT	THT
Nombre de laboratoires retenus après élimination des laboratoires aberrants	7	8	8
Nombre de laboratoires aberrants	5	5	5
Nombre de résultats acceptés	28	31	32
Teneur moyenne en mercure ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	49,4	98,5	161,5
Écart-type de répétabilité, s_r ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	5,4	10,7	11,7
Limite de répétabilité, $r = 2,8 \times s_r$ ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	15,2	30,3	33,2
Écart-type de reproductibilité, s_R ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	18,7	43,4	71,8
Limite de reproductibilité, $R = 2,8 \times s_R$ ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	53,0	122,9	203,2
1) Amidon de maïs à FT: faible teneur HT: haute teneur THT: très haute teneur			

1) L'ISO 5725:1986, *Fidélité des méthodes d'essai — Détermination de la répétabilité et de la reproductibilité d'une méthode d'essai normalisée par essais interlaboratoires* (annulée à l'heure actuelle), a été utilisée pour l'obtention des données de fidélité.

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 11212-2:1997

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/044030e0-83e9-405e-b95a-ade25d5dd56/iso-11212-2-1997>