

---

---

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

**Partie 3:**

Détermination de la teneur en plomb par  
spectrométrie d'absorption atomique avec  
atomisation électrothermique

iTeh STANDARD PREVIEW

*Starch and derived products — Heavy metals content —*

*Part 3: Determination of lead content by atomic absorption spectrometry  
with electrothermal atomization*

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d1a2138c-c9c9-4072-9bec-29933b10a426/iso-11212-3-1997>



## 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 11212-3 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 3:

## Détermination de la teneur en plomb par spectrométrie d'absorption atomique avec atomisation électrothermique

### 1 Domaine d'application

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

Le nombre de paramètres opératoires impliqués en atomisation électrothermique étant considérablement plus grand qu'en atomisation dans la flamme, il est donc impossible de proposer une méthode détaillée susceptible de garantir l'obtention de résultats satisfaisants sur tous les types d'appareils actuellement commercialisés. 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.

### 2 Définition

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

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

### 3 Principe

Minéralisation de la matrice organique par voie humide. Injection d'une partie aliquote de l'échantillon minéralisé, en présence d'un modificateur de matrice, dans le four d'un spectromètre d'absorption atomique équipé d'une source d'atomisation électrothermique.

Mesurage de l'absorbance à une longueur d'onde de 283,3 nm.

Détermination de la concentration en plomb 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** ( $\rho_{20} = 1,38$  g/ml).

**4.2 Peroxyde d'hydrogène**, à 30 % (V/V).**4.3 Modificateur de matrice**, de composition:

Dihydrogénophosphate d'ammonium [(NH <sub>4</sub> )H <sub>2</sub> PO <sub>4</sub> ]	10 g
Eau distillée qsp	1 000 ml

**4.4 Plomb, 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.

**4.5 Solution d'étalonnage**

Avant chaque série de mesurages, préparer à partir de la solution étalon de plomb (4.4), 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) et 20 ml de modificateur de matrice (4.3) dans le cas où ce dernier n'est pas délivré par le passeur automatique.

**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 plomb.

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 plomb.

**5.3 Atomiseur électrothermique**

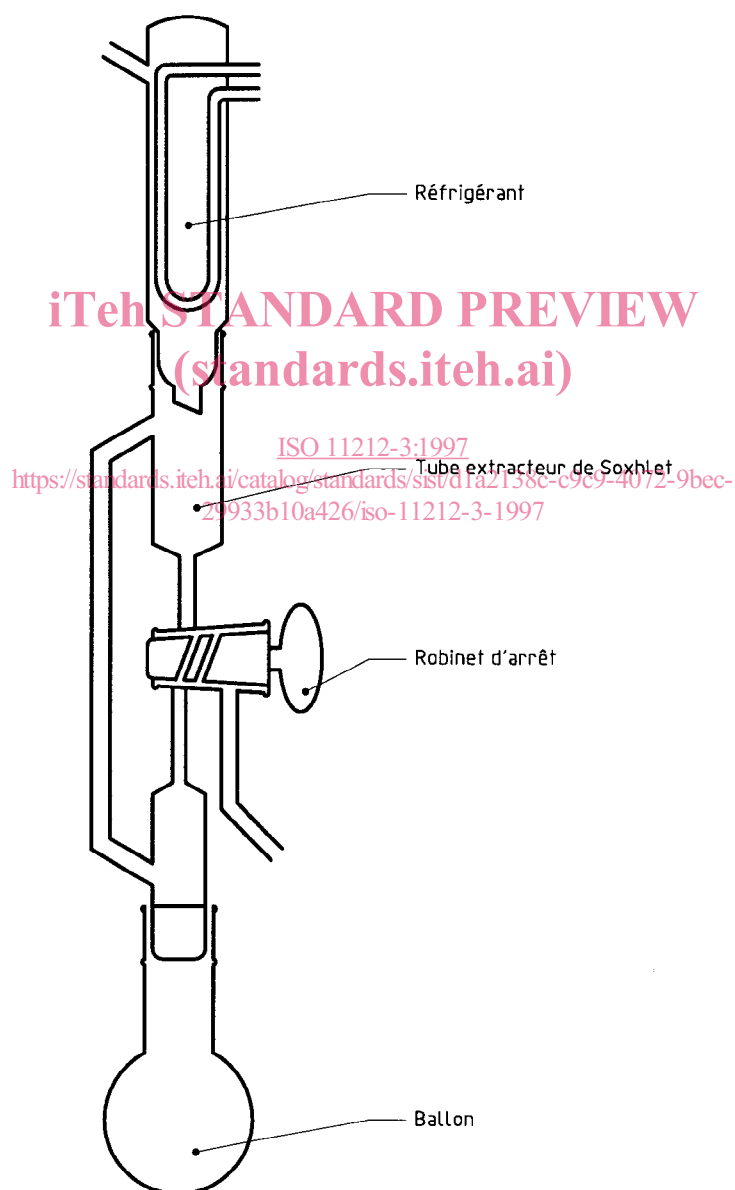
Le type d'atomiseur le plus répandu et pour lequel les conditions générales d'utilisation sont suggérées, est un four tubulaire en graphite, placé dans l'axe optique du spectromètre, chauffé par effet Joule. Ce four doit être maintenu

dans une atmosphère inerte pour éviter sa destruction par oxydation lorsqu'il est porté à haute température, et équipé d'un passeur automatique qui s'avère indispensable pour obtenir une bonne répétabilité et pour réduire les risques de contamination.

**5.4 Tube graphite pyrolitique, avec plateforme de Lvov.**

**5.5 Pipettes et micropipettes, de capacités appropriées.**

**5.6 Balance analytique.**



**Figure 1 — Appareil de minéralisation**

## 6 Mode opératoire

### 6.1 Recommandations

Afin d'éviter tout résultat en excès, il est important de veiller à décontaminer toute la verrerie à l'aide d'acide nitrique, à la rincer correctement, à éviter également toute contamination extérieure par la manipulation et l'atmosphère du laboratoire ainsi que de vérifier la pureté des réactifs par les essais à blanc effectués en 6.4.

### 6.2 Préparation de l'échantillon

Rendre l'échantillon bien homogène.

### 6.3 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 ml  $\pm$  1 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 minéralisat du ballon, amener à ébullition pendant quelques minutes, arrêter le chauffage et laisser refroidir. Transvaser dans une fiole jaugée de 100 ml, ajouter 20 ml de modificateur de matrice (4.3) dans le cas où ce dernier n'est pas délivré par le passeur automatique, compléter au volume avec de l'eau distillée et agiter.

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

### 6.4 Essai à blanc

Effectuer la minéralisation dans les mêmes conditions qu'en 6.3, en remplaçant la prise d'essai par 5 ml d'eau.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d1a2138c-c9c9-4072-9bec-29933b10a426/iso-11212-3-1997>

### 6.5 Programme d'atomisation électrothermique

Le programme de chauffage du four dépend essentiellement des propriétés chimiques de l'élément à analyser, de la matrice et de la méthode d'approche des conditions d'isothermie choisies. Il comportera néanmoins quatre étapes (6.5.1 à 6.5.4) que chaque laboratoire doit optimiser.

#### 6.5.1 Séchage

Il est recommandé d'augmenter lentement la température jusqu'à une température finale légèrement supérieure à la température d'ébullition du solvant et de maintenir celle-ci au moins 5 s.

#### 6.5.2 Prétraitement thermique

La température de cette étape au cours de laquelle la matrice organique est éliminée et où la matrice minérale est modifiée, doit être adaptée par l'ajout d'un modificateur de matrice (dihydrogénophosphate d'ammonium) (4.3) capable d'opérer une stabilisation thermique de l'élément.

#### 6.5.3 Atomisation

Cette étape a généralement lieu en montée rapide de température avec un balayage de gaz à débit réduit ou nul afin d'assurer le confinement des atomes dans le trajet optique.

#### 6.5.4 Nettoyage du four

Des effets de mémoire sont possibles. En conséquence, un nettoyage du four (5.3) est nécessaire après chaque injection. Il est en général effectué à température et débit de gaz maximaux pendant quelques secondes.

## 6.6 Établissement de la courbe d'étalonnage

Injecter, dans le four programmé (5.3), 10 µl des solutions d'étalonnage (4.5) et 2 µl de modificateur de matrice (4.3) dans le cas où ce dernier n'est pas délivré par le passeur automatique. Mesurer l'absorbance de chaque solution d'étalonnage à une longueur d'onde de 283,3 nm avec le spectromètre (5.2).

Tracer la courbe d'étalonnage en portant en abscisse les concentrations en plomb, 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.

## 6.7 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 plomb dans l'échantillon,  $w$ , en microgrammes par kilogramme de produit tel quel, est donnée par l'équation:

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

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

où

- $\rho_1$  est la valeur numérique de la concentration en plomb, en microgrammes par litre, de la solution d'essai (6.3) lue sur la courbe d'étalonnage (6.6);
- $\rho_0$  est la valeur numérique de la concentration en plomb, en microgrammes par litre, de la solution de l'essai à blanc (6.4) lue sur la courbe d'étalonnage (6.6);
- $m$  est la valeur numérique de la masse, en grammes, de la prise d'essai (6.3).

NOTE — En utilisant cette méthode avec rigueur la limite de quantification peut atteindre 50 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 dans un court intervalle de temps, ne sera pas supérieure à la limite  $r$  de répétabilité déduite du tableau A.1 dans plus de 5 % des cas.

### 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.

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

[ISO 11212-3:1997](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d1a2138c-c9c9-4072-9bec-29933b10a426/iso-11212-3-1997)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d1a2138c-c9c9-4072-9bec-29933b10a426/iso-11212-3-1997>



## 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 5725<sup>1)</sup>.

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

Paramètre	Échantillon <sup>1)</sup>		
	FT	HT	THT
Nombre de laboratoires retenus après élimination des laboratoires aberrants	8	10	9
Nombre de laboratoires aberrants	6	5	6
Nombre de résultats acceptés	32	39	36
Teneur moyenne en plomb (µg/kg)	108,7	169,4	289,2
Écart-type de répétabilité, $s_r$ (µg/kg)	12,6	14,1	24,9
Limite de répétabilité, $r = 2,8 \times s_r$ (µg/kg)	35,6	39,9	70,3
Écart-type de reproductibilité, $s_R$ (µg/kg)	64,8	53,0	72,3
Limite de reproductibilité, $R = 2,8 \times s_R$ (µg/kg)	183,4	150,0	204,6
1) Amidon de maïs à FT: faible teneur HT: haute teneur THT: très haute teneur			

(standards.itech.ai)

[ISO 11212-3:1997](https://standards.itech.ai/catalog/standards/sist/d1a2138c-c9c9-4072-9bec-29955b10a426/iso-11212-3-1997)

<https://standards.itech.ai/catalog/standards/sist/d1a2138c-c9c9-4072-9bec-29955b10a426/iso-11212-3-1997>

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.