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

Partie 4:

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

iTeh STANDARD PREVIEW

Starch and derived products — Heavy metals content —

*Part 4: Determination of cadmium content by atomic absorption
spectrometry with electrothermal atomization*

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5e994bc8-6688-4129-b69a-32b6546a3f54/iso-11212-4-1997>

INTERNATIONALE 11212-4



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 11212-4 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 4:

Détermination de la teneur en cadmium 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 cadmium 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 cadmium: Quantité de cadmium déterminée selon les conditions décrites dans la présente méthode et exprimée en cadmium (Cd), 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 228,8 nm.

Détermination de la concentration en cadmium 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, consistant en une solution de nitrate de palladium à 1 g/l.

4.4 Cadmium, 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 cadmium (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 cadmium.

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 cadmium.

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.

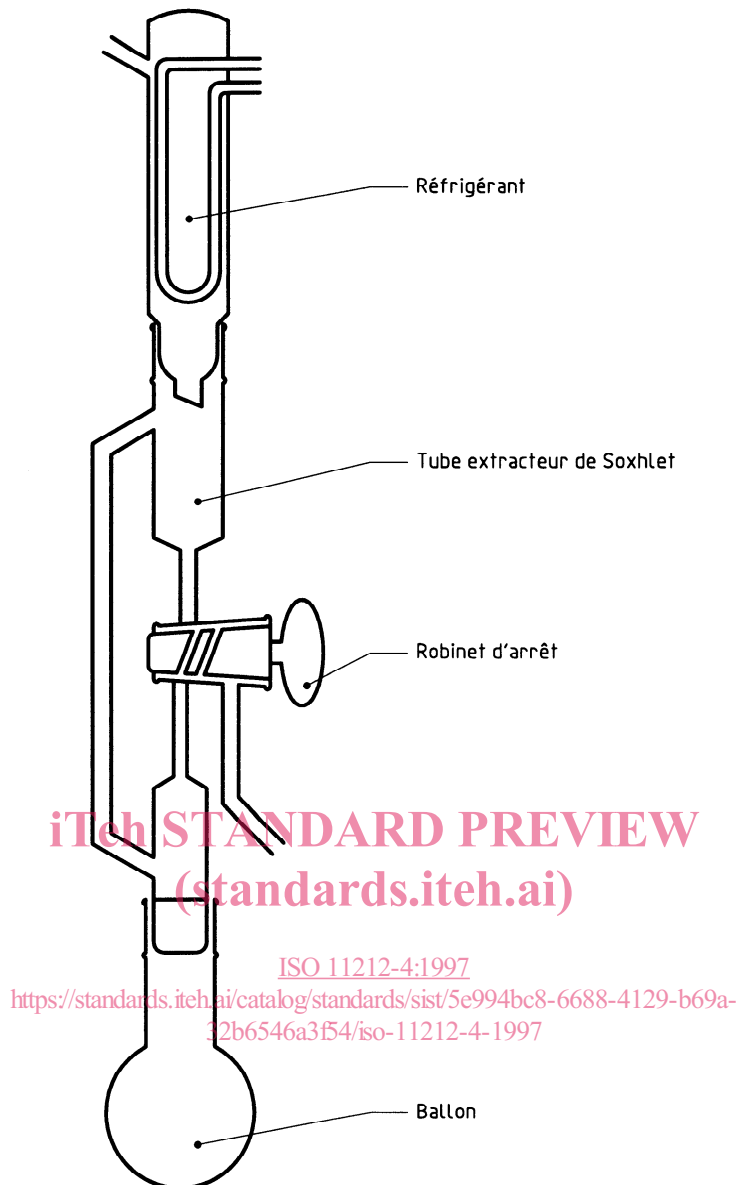


Figure 1 — Appareil de minéralisation

5.5 Pipettes et micropipettes, de capacités appropriées.

5.6 Balance analytique.

6 Mode opératoire

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 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.

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 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 (6.4.1 à 6.4.4) que chaque laboratoire doit optimiser.

6.4.1 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.

6.4.2 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 (nitrate de palladium) (4.3) capable d'opérer une stabilisation thermique de l'élément.

iTeh STANDARD PREVIEW
(continued on next page)

[ISO 11212-4:1997](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5e994bc8-6688-4129-b69a-32b6546a3f54/iso-11212-4-1997)

6.4.3 Atomisation

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5e994bc8-6688-4129-b69a-32b6546a3f54/iso-11212-4-1997>

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.

6.4.4 Nettoyage du four

Des effets de mémoires 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.

6.5 Établissement de la courbe d'étalonnage

Injecter, dans le four programmé (5.3), $10 \mu\text{l}$ des solutions d'étalonnage (4.5) et $2 \mu\text{l}$ 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 228,8 nm avec le spectromètre (5.2).

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

6.6 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 cadmium dans l'échantillon, w , exprimée 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 cadmium, en microgrammes par litre, de la solution d'essai (6.2) lue sur la courbe d'étalonnage (6.5);

ρ_0 est la valeur numérique de la concentration en cadmium, en microgrammes par litre, de la solution de l'essai à blanc (6.4) lue sur la courbe d'étalonnage (6.5);

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 5 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.

(standards.iteh.ai)

8.1 Répétabilité

ISO 11212-4:1997

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 doit pas être 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 doit pas être 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			
	FT ¹⁾	HT ¹⁾	THT ¹⁾	GB ²⁾
Nombre de laboratoires retenus après élimination des laboratoires aberrants	10	6	10	11
Nombre de laboratoires aberrants	5	9	5	4
Nombre de résultats acceptés	37	24	40	44
Teneur moyenne en cadmium (µg/kg)	12,0	17,0	27,8	118,2
Écart-type de répétabilité, s_r (µg/kg)	2,0	1,0	4,2	6,1
Limite de répétabilité, $r = 2,8 \times s_r$ (µg/kg)	5,8	2,7	11,7	17,2
Écart-type de reproductibilité, s_R (µg/kg)	3,5	2,2	6,2	29,4
Limite de reproductibilité, $R = 2,8 \times s_R$ (µg/kg)	9,8	6,2	17,5	83,2
1) Amidon de maïs à FT: faible teneur HT: haute teneur THT: très haute teneur 2) GB: gluten de blé				

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5e994bc8-6688-4129-b69a-32b6546a3f54/iso-11212-4-1997>
 ISO 11212-4:1997

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.

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 11212-4:1997

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5e994bc8-6688-4129-b69a-32b6546a3f54/iso-11212-4-1997>