
Aliments des animaux — Détermination des teneurs en calcium, cuivre, fer, magnésium, manganèse, potassium, sodium et zinc — Méthode par spectrométrie d'absorption atomique

iTeh STANDARD PREVIEW
Animal feeding stuffs — Determination of the contents of calcium, copper, iron, magnesium, manganese, potassium, sodium and zinc — Method using atomic absorption spectrometry
(standards.iteh.ai)

ISO 6869:2000

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/429ba521-de51-4d40-95e0-d8cd7bf94939/iso-6869-2000>



PDF – Exonération de responsabilité

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6869:2000

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/429ba521-de51-4d40-95e0-d8cd7bf94939/iso-6869-2000>

© ISO 2000

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'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax. + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.ch
Web www.iso.ch

Imprimé en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
1 Domaine d'application.....	1
2 Références normatives	1
3 Principe.....	1
4 Réactifs et produits	2
5 Appareillage	3
6 Échantillonnage	4
7 Préparation de l'échantillon pour essai.....	4
8 Mode opératoire	4
8.1 Détection de la présence de matière organique.....	4
8.2 Prise d'essai	4
8.3 Incinération à sec.....	4
8.4 Décomposition	5
8.5 Solution d'essai à blanc	5
8.6 Détermination du cuivre, du fer, du manganèse et du zinc	5
8.7 Détermination du calcium, du magnésium, du potassium et du sodium	6
9 Expression des résultats	6
10 Précision.....	7
10.1 Essai interlaboratoires	7
10.2 Répétabilité.....	7
10.3 Reproductibilité.....	7
11 Rapport d'essai	9
Annexe A (informative) Résultats statistiques des essais interlaboratoires	10
Bibliographie	16

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.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments de la présente/du présent Norme internationale peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

La Norme internationale ISO 6869 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits alimentaires*, sous-comité SC 10, *Aliments des animaux*.

L'annexe A de la présente Norme internationale est donnée uniquement à titre d'information.

ISO 6869:2000
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/429ba521-de51-4d40-95e0-d8cd7bf94939/iso-6869-2000>

Aliments des animaux — Détermination des teneurs en calcium, cuivre, fer, magnésium, manganèse, potassium, sodium et zinc — Méthode par spectrométrie d'absorption atomique

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode spectrométrique d'absorption atomique pour la détermination des teneurs en calcium (Ca), cuivre (Cu), fer (Fe), magnésium (Mg), manganèse (Mn), potassium (K), sodium (Na) et zinc (Zn) dans les aliments des animaux.

La méthode est applicable à tous les aliments des animaux.

La limite de détermination des éléments concernés est la suivante:

K et Na	500 mg/kg;
Ca et Mg	50 mg/kg;
Cu, Fe, Mn et Zn	5 mg/kg.

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

2 Références normatives

ISO 6869:2000

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/429ba521-de51-4d40-95e0-400d1b19312d/iso-6869-2000>

Les documents normatifs suivants contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui y 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 l'ISO et de la CEI possèdent le registre des Normes internationales en vigueur.

ISO 3696:1987, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai*.

ISO 6498, *Aliments des animaux — Préparation des échantillons pour essai*.

3 Principe

Dissolution d'une prise d'essai dans de l'acide chlorhydrique, si nécessaire après incinération dans un four à moufle à $(550 \pm 15) ^\circ\text{C}$. Élimination des composés silicatés présents sous toutes leurs formes par précipitation ou filtration. Dissolution du précipité dans de l'acide chlorhydrique et dilution adaptée au volume, puis aspiration dans la flamme air-acétylène du spectromètre d'absorption atomique.

Mesurage de l'absorbance de chaque élément en comparaison avec l'absorbance des solutions d'étalonnage pour le même élément.

4 Réactifs et produits

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue.

4.1 Eau, de qualité 3 au minimum, conformément à l'ISO 3696.

4.2 Acide chlorhydrique concentré, $c(\text{HCl}) = 12 \text{ mol/l}$ ($\rho = 1,19 \text{ g/ml}$).

4.3 Acide chlorhydrique, $c(\text{HCl}) = 6 \text{ mol/l}$.

4.4 Acide chlorhydrique dilué, $c(\text{HCl}) = 0,6 \text{ mol/l}$.

4.5 Solution de nitrate de lanthane.

Dissoudre 133 g de $\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dans 1 litre d'eau (4.1).

Un sel de lanthane différent peut être utilisé si la teneur en lanthane de la solution préparée est similaire.

4.6 Solution de chlorure de césium.

Dissoudre 100 g de CsCl dans 1 litre d'eau (4.1).

Un sel de césium différent peut être utilisé si la teneur en césium de la solution obtenue est similaire.

4.7 Solution mère de Cu, Fe, Mn et Zn.

Mélanger 100 ml d'eau (4.1) et 125 ml d'acide chlorhydrique concentré (4.2) dans une fiole jaugée de 1 litre.

Peser:

- 392,9 mg de sulfate pentahydrate de cuivre(II) ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$);
- 702,2 mg de sulfate hexahydrate d'ammonium-fer(II) [$(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{FeSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$];
- 307,7 mg de sulfate monohydrate de manganèse ($\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$);
- 439,8 mg de sulfate heptahydrate de zinc ($\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$).

Transvaser les sels pesés dans la fiole jaugée et les dissoudre dans de l'eau (4.1). Diluer avec de l'eau jusqu'au trait.

Les teneurs en Cu, Fe, Mn et Zn de cette solution mère sont chacune de 100 $\mu\text{g/ml}$.

NOTE Des solutions prêtes à l'emploi disponibles dans le commerce peuvent être utilisées.

4.8 Solution étalon de Cu, Fe, Mn et Zn.

Dans une fiole jaugée, diluer 20,0 ml de solution mère (4.7) avec de l'eau (4.1) pour atteindre 100 ml.

Les teneurs en Cu, Fe, Mn et Zn de cette solution sont chacune de 20 $\mu\text{g/ml}$.

Préparer la solution le jour même de son utilisation.

4.9 Solution mère de Ca, K, Mg et Na.

Peser:

- 1,907 g de chlorure de potassium (KCl);

- 2,028 g de sulfate heptahydrate de magnésium ($\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$);
- 2,542 g de chlorure de sodium (NaCl).

Transvaser les sels pesés dans une fiole jaugée de 1 litre.

Verser 50 ml d'acide chlorhydrique (4.3) dans un becher. Peser dans le becher 2,497 g de carbonate de calcium (CaCO_3).

AVERTISSEMENT — Prendre garde au dégagement de dioxyde de carbone.

Faire bouillir le tout pendant 5 min sur une plaque chauffante électrique (5.4). Laisser refroidir et transvaser la solution dans la fiole jaugée contenant les sels pesés de K, Mg et Na. Dissoudre les sels et diluer avec de l'acide chlorhydrique dilué (4.4) jusqu'au trait.

Les teneurs en Ca, K et Na de cette solution sont chacune de 1 mg/ml; la teneur en Mg de la solution est de 200 µg/ml.

NOTE Des solutions prêtes à l'emploi disponibles dans le commerce peuvent être utilisées.

4.10 Solution étalon de Ca, K, Mg et Na.

Diluer 25,0 ml de solution mère (4.9) avec de l'acide chlorhydrique (4.4) dans une fiole jaugée jusqu'à atteindre 250 ml.

Les teneurs en Ca, K et Na de cette solution sont chacune de 100 µg/ml; la teneur en Mg de la solution est de 20 µg/ml.

Préparer la solution la semaine même de son utilisation et la conserver dans une bouteille en polyéthylène.

4.11 Solution d'essai à blanc de lanthane/césium.

Ajouter 5 ml de la solution de nitrate de lanthane (4.5), 5 ml de la solution de chlorure de césium (4.6) et 5 ml d'acide chlorhydrique (4.3) dans une fiole jaugée de 100 ml. Diluer jusqu'au trait avec de l'eau (4.1).

5 Appareillage

Avant de les utiliser, rincer à l'acide chlorhydrique dilué (4.4) tous les articles volumétriques, y compris les pipettes utilisées lors de la préparation des solutions étalons.

Si l'on utilise des coupelles d'incinération et de la verrerie spécialement dédiés à l'analyse, il n'est pas nécessaire de les faire bouillir avec de l'acide chlorhydrique avant chaque emploi.

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

5.1 Balance analytique, capable de peser à 0,1 mg près.

5.2 Coupelles d'incinération en platine, quartz ou porcelaine, exempts de potassium et de sodium, dont la surface est lisse et non ébréchée, de diamètre intérieur supérieur compris entre 4 cm et 6 cm, de diamètre intérieur inférieur compris entre 2 cm et 2,5 cm, et d'environ 5 cm de hauteur. Avant toute utilisation, faire bouillir avec de l'acide chlorhydrique (4.3).

5.3 Verrerie en verre dur borosilicaté.

Avant toute utilisation, faire bouillir avec de l'acide chlorhydrique (4.3) et rincer à l'eau.

5.4 Plaque chauffante électrique ou bec à gaz.

5.5 Bain d'eau bouillant.

5.6 Four à moufle, pouvant être réglé à $(550 \pm 15) ^\circ\text{C}$.

5.7 Spectromètre d'absorption atomique (voir ISO 6956 [6]), adapté au mesurage aux longueurs d'onde spécifiées en 8.6.1 et 8.7.1, équipé d'une flamme air-acétylène et d'un dispositif de correction ou de mesurage de l'absorption de fond.

5.8 Lampes à cathode creuse ou lampes à décharge sans électrode, pour la détermination du Ca, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Na ou Zn.

5.9 Papier-filtre, ne relargant pas de minéraux.

6 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 6497 [5].

Il est important que le laboratoire reçoive un échantillon réellement représentatif et n'ayant pas été endommagé ou modifié au cours du transport ou du stockage.

Stocker l'échantillon de façon à éviter toute détérioration ou autre modification de sa composition.

7 Préparation de l'échantillon pour essai

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

8 Mode opératoire

8.1 Détection de la présence de matière organique

Chauffer une spatule contenant une petite quantité de l'échantillon pour essai dans une flamme.

Si l'échantillon pour essai fond sans dégager de fumée, cela signifie que peu de matière organique est présente.

Si l'échantillon pour essai change de couleur et qu'il ne fond pas, cela signifie que l'échantillon pour essai contient des matières organiques.

8.2 Prise d'essai

En fonction de la teneur prévue, peser de 1 g à 5 g de l'échantillon pour essai préparé (article 7), à 1 mg près, dans une coupelle d'incinération (5.2).

Si l'échantillon pour essai contient des matières organiques (voir 8.1), procéder selon 8.3.

Si l'échantillon pour essai ne contient pas ou peu de matières organiques (voir 8.1), procéder selon 8.4.

8.3 Incinération à sec

Chauffer la coupelle d'incinération sur une plaque chauffante ou un bec à gaz (5.4) jusqu'à ce que la prise d'essai soit complètement carbonisée. Éviter de faire brûler la prise d'essai.

Transférer la coupelle dans le four à moufle (5.6) déjà préchauffé pendant 15 min à une température de $550 ^\circ\text{C}$. Calciner l'échantillon pendant 3 h à cette température.

Laisser l'échantillon refroidir puis humidifier le contenu de la coupelle avec 2 ml d'eau. Si plusieurs particules de carbone sont présentes, faire sécher la coupelle au-dessus du bain d'eau (5.5).

Calciner pendant 2 h supplémentaires dans le four à moufle réglé à 550 °C.

Laisser refroidir puis ajouter 2 ml d'eau.

8.4 Décomposition

Tout en mélangeant, ajouter 10 ml d'acide chlorhydrique (4.3), tout d'abord goutte à goutte jusqu'à arrêt total de l'effervescence (dégagement possible de dioxyde de carbone), puis ensuite plus rapidement. Mélanger et chauffer le contenu de la coupelle jusqu'à un séchage quasi complet. Au cours du séchage, éviter toute perte par éclaboussure.

Dissoudre le résidu en le chauffant avec 5 ml d'acide chlorhydrique (4.3) et transvaser quantitativement la solution avec des volumes d'eau d'environ 5 ml dans une fiole jaugée de 50 ml.

Laisser refroidir, puis diluer avec de l'eau jusqu'au trait et mélanger. Laisser les particules se déposer et filtrer (voir 5.9) la solution, si celle-ci n'est pas claire après 4 h.

8.5 Solution d'essai à blanc

Pour chaque série de mesurages, préparer une solution d'essai à blanc en appliquant le mode opératoire selon 8.2, 8.3 et 8.4 sans l'échantillon pour essai.

8.6 Détermination du cuivre, du fer, du manganèse et du zinc

8.6.1 Conditions de mesurage

Régler le spectromètre d'absorption atomique (5.7) conformément aux instructions du fabricant. Optimiser la réponse de l'instrument de mesurage avec la flamme d'air-acétylène. Pour la détermination du Cu, Fe, Mn et Zn, retenir les longueurs d'onde suivantes:

Cu: 324,8 nm;

Fe: 248,3 nm;

Mn: 279,5 nm;

Zn: 213,8 nm.

8.6.2 Préparation de la courbe d'étalonnage

Préparer une série de solutions d'étalonnage appropriées en diluant la solution étalon (4.8) avec de l'acide chlorhydrique dilué (4.4).

Mesurer l'absorbance de l'acide chlorhydrique (4.4). Mesurer l'absorbance des solutions d'étalonnage et soustraire l'absorbance mesurée pour l'acide chlorhydrique (4.4).

Tracer une courbe d'étalonnage en traçant les lignes d'absorbance corrigées par rapport aux teneurs respectives en Cu, Fe, Mn et Zn.

8.6.3 Mesurage de la solution d'essai

Procéder comme pour les solutions d'étalonnage, avec les mêmes paramètres, pour mesurer l'absorbance de la solution d'essai (8.4) et de la solution d'essai à blanc (8.5). Soustraire l'absorbance de la solution d'essai à blanc de celle de la solution d'essai.

Si nécessaire, diluer la solution d'essai et la solution d'essai à blanc avec de l'acide chlorhydrique dilué (4.4) afin d'obtenir une absorbance située dans la partie linéaire de la courbe d'étalonnage.

Procéder conformément à l'article 9.

8.7 Détermination du calcium, du magnésium, du potassium et du sodium

8.7.1 Conditions de mesurage

Régler le spectromètre d'absorption atomique conformément aux instructions du fabricant. Optimiser la réponse de l'instrument de mesurage avec la flamme d'air-acétylène. Pour la détermination du Ca, K, Mg et Na, retenir les longueurs d'onde suivantes:

Ca: 422,6 nm;

K: 766,5 nm;

Mg: 285,2 nm;

Na: 589,6 nm.

8.7.2 Préparation de la courbe d'étalonnage

Diluer la solution étalon (4.10) avec de l'eau (4.1). Ajouter, pour 100 ml de solution étalon diluée, 5 ml de solution de nitrate de lanthane (4.5), 5 ml de solution de chlorure de césium (4.6) et 5 ml d'acide chlorhydrique (4.3). Choisir les dilutions de façon à obtenir des solutions d'étalonnage appropriées.

Mesurer l'absorbance de la solution d'essai à blanc de lanthane-césium (4.11).

Mesurer l'absorbance des solutions d'étalonnage et soustraire l'absorbance mesurée pour la solution d'essai à blanc de lanthane-césium (4.11).

Tracer une courbe d'étalonnage en traçant les lignes d'absorbance corrigées par rapport aux teneurs respectives en Ca, K, Mg et Na.

8.7.3 Mesurage de la solution d'essai

Diluer une certaine quantité de la solution d'essai (8.4) et de la solution d'essai à blanc (8.5) avec de l'eau (4.1). Ajouter, pour 100 ml de solution diluée, 5 ml de solution de nitrate de lanthane (4.5), 5 ml de solution de chlorure de césium (4.6) et 5 ml d'acide chlorhydrique (4.3).

Mesurer en parallèle avec les solutions d'étalonnage, avec les mêmes paramètres, l'absorbance de la solution d'essai diluée et de la solution d'essai à blanc diluée. Soustraire cette dernière de la première absorbance.

Si nécessaire, diluer la solution d'essai et la solution d'essai à blanc avec de la solution d'essai à blanc de lanthane-césium (4.11) afin d'obtenir une absorbance située dans la partie linéaire de la courbe d'étalonnage.

9 Expression des résultats

Calculer la teneur en chacun des éléments (calcium, cuivre, fer, magnésium, manganèse, potassium, sodium et zinc) à l'aide de la courbe d'étalonnage, en prenant en compte la masse de la prise d'essai et les dilutions appliquées.

Arrondir le résultat conformément au Tableau 1 et l'exprimer en milligrammes par kilogramme ou en grammes par kilogramme.

Tableau 1 — Arrondissement des teneurs calculées

Teneur		Arrondie
de	à	à
5 mg/kg	10 mg/kg	0,1 mg/kg
10 mg/kg	100 mg/kg	1 mg/kg
100 mg/kg	1 g/kg	10 mg/kg
1 g/kg	10 g/kg	100 mg/kg
10 g/kg	100 g/kg	1 g/kg

10 Précision

10.1 Essai interlaboratoires

Les détails d'un essai interlaboratoires relatif à la fidélité de la méthode sont résumés dans l'annexe A. Les valeurs dérivées de cet essai peuvent ne pas s'appliquer aux plages de concentrations ou matrices autres que celles données.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

10.2 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 et dans un court intervalle de temps, n'excédera que dans 5 % des cas au plus la limite de répétabilité (r) mentionnée ou dérivée du Tableau 2 ou du Tableau 3.

10.3 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 les opérateurs différents utilisant des appareillages différents, n'excédera que dans 5 % des cas au plus la limite de reproductibilité (R) mentionnée ou dérivée du Tableau 2 ou du Tableau 3.