
**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 11813:2010

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a65951b9-e286-4d68-8567-261010121f9c/iso-11813-2010>



Numéros de référence
ISO 11813:2010(F)
FIL 156:2010(F)

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 et la FIL déclinent 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 et les comités nationaux de la FIL. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central de l'ISO à l'adresse donnée ci-dessous.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 11813:2010](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a65951b9-e286-4d68-8567-261010121f9c/iso-11813-2010)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a65951b9-e286-4d68-8567-261010121f9c/iso-11813-2010>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO et FIL 2010

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 soit de l'ISO soit de la FIL, à l'une ou l'autre des adresses ci-après.

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.org
Web www.iso.org

Fédération Internationale de Laiterie
Diamant Building • Boulevard Auguste Reyers 80 • B-1030 Bruxelles
Tel. + 32 2 733 98 88
Fax + 32 2 733 04 13
E-mail info@fil-idf.org
Web www.fil-idf.org

Publié en Suisse

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 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. 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 du présent document 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.

L'ISO 11813|FIL 156 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits alimentaires*, sous-comité SC 5, *Lait et produits laitiers*, et la Fédération Internationale de Laiterie (FIL). Elle est publiée conjointement par l'ISO et la FIL.

Cette deuxième édition de l'ISO 11813|FIL 156 annule et remplace la première édition (ISO 11813:1998), dont elle constitue une révision mineure.

Avant-propos

La **FIL (Fédération Internationale de Laiterie)** est une organisation sans but lucratif représentant le secteur laitier mondial. Les membres de la FIL se composent des Comités Nationaux dans chaque pays membre et des associations laitières régionales avec lesquelles la FIL a signé des accords de coopération. Tout membre de la FIL a le droit de faire partie des Comités permanents de la FIL auxquels sont confiés les travaux techniques. La FIL collabore avec l'ISO pour l'élaboration de méthodes normalisées d'analyse et d'échantillonnage pour le lait et les produits laitiers.

La tâche principale des Comités permanents est d'élaborer les Normes internationales. Les projets de Normes internationales adoptés par les Comités permanents sont soumis aux Comités Nationaux pour approbation avant publication en tant que Norme internationale. La publication comme Norme internationale requiert l'approbation de 50 % au moins des Comités Nationaux de la FIL votants.

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

L'ISO 11813|FIL 156 a été élaborée par la Fédération Internationale de Laiterie (FIL) et le comité technique ISO/TC 34, *Produits alimentaires*, sous-comité SC 5, *Lait et produits laitiers*. Elle est publiée conjointement par la FIL et l'ISO.

iTeh STANDARD PREVIEW

L'ensemble des travaux a été confié à l'ancienne Équipe d'Action mixte ISO-FIL sur les *Composants mineurs* qui fait maintenant partie du Comité permanent chargé des *Méthodes d'analyse de la composition*.

Cette édition de l'ISO 11813|FIL 156 annule et remplace la FIL 156:1992, dont elle constitue une révision mineure.

ISO 11813:2010
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a65951b9-e286-4d68-8567-261010121f9c/iso-11813-2010>

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 de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 6732|FIL 103, *Lait et produits laitiers — Détermination de la teneur en fer — Méthode spectrométrique (Méthode de référence)*

ISO 11813:2010

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a65951b9-e286-4d68-8567-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a65951b9-e286-4d68-8567-261010121f9c/iso-11813-2010)

261010121f9c/iso-11813-2010

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions 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 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 ajout d'une solution de chlorure de strontium, dilution avec de l'eau. Mesurage de la teneur en zinc de la solution résultante par spectrométrie d'absorption atomique avec flamme à une longueur d'onde de 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 (5.5), doivent tous être exempts de zinc.

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 Eau, de qualité 2, conformément à l'ISO 3696^[3].

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

5.3 Solution de chlorure de strontium.

Dissoudre 38,0 g de chlorure de strontium hexahydraté (SrCl₂·6H₂O) dans l'eau (5.1) 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 approprié.

5.4 Acide nitrique (HNO₃), concentré ($\rho_{20} = 1,42$ g/ml).

5.5 Solutions étalons de zinc.

5.5.1 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.

5.5.2 Solution de travail de zinc, contenant 100 mg de zinc par litre. Ajouter à 10 ml de la solution mère de zinc (5.5.1) 1 ml d'acide nitrique (5.4) et compléter avec de l'eau (5.1) jusqu'à 100 ml.

5.6 Solution étalon titre zéro.

Diluer, dans une fiole jaugée de 500 ml, 2,5 ml d'acide chlorhydrique (5.2) et 12,5 ml de la solution de chlorure de strontium (5.3) avec de l'eau (5.1) jusqu'à 500 ml. Bien mélanger.

6 Appareillage

IMPORTANT — Conserver la verrerie propre dans de l'acide nitrique à 10 % en 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, ISO 1042^[2], classe A.

6.3 Pipettes à piston manuel, de 0,2 ml, 1,0 ml et 5,0 ml de capacité, ISO 8655-2^[6].

6.4 Étuve de dessiccation, réglée à 102 °C ± 5 °C.

6.5 Four programmable pour l'incinération, ou équivalent, pouvant atteindre et fonctionner à 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, il est possible de procéder à un réglage manuel de la température sur un four isotherme en augmentant la température de 50 °C par heure.

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 ou la FIL approuvent ou recommandent l'emploi exclusif des produits ainsi désignés.

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

6.7 Bain d'eau, capable de maintenir l'eau à ébullition.

6.8 Spectromètre d'absorption atomique avec flamme, permettant de mesurer à une 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, pouvant être lue 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 | FIL 50^[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 pour essai conformément à l'ISO 6732 | FIL 103, en évitant toute contamination par le zinc.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

9 Mode opératoire

ISO 11813:2010
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a65951b9-e286-4d68-8567-261010121f9c/iso-11813-2010>

9.1 Généralités

S'il est nécessaire de vérifier que la limite de répétabilité (voir 11.2) est satisfaite, effectuer deux déterminations séparées conformément à 9.2 à 9.4.

9.2 Prise d'essai

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.

9.3 Incinération

Chauffer le creuset en quartz contenant la prise d'essai séchée (9.2) 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 (5.4).

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.

9.4 Détermination

9.4.1 Préparation de la solution d'essai

Ajouter 0,5 ml d'eau (5.1) et 0,5 ml d'acide chlorhydrique (5.2) aux cendres (9.3). 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 (5.3) 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.

9.4.2 Mesurages spectrométriques par absorption atomique

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

9.4.2.1 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 (5.5.2). Compléter avec la solution étalon titre zéro (5.6) jusqu'au repère et mélanger soigneusement. 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 (5.6) 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 titre 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. (standards.iteh.ai)

NOTE Selon les fonctionnalités de l'appareil, la soustraction peut également se faire par une mise à zéro automatique.

[ISO 11813:2010](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a65951b9-e286-4d68-8567-61010121f9c/iso-11813-2010)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a65951b9-e286-4d68-8567-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a65951b9-e286-4d68-8567-61010121f9c/iso-11813-2010)

9.4.2.2 Mesurage de la solution d'essai

Mesurer la solution d'essai (voir 9.4.1) 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 (5.6) (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 (voir 9.4.2.1).

10 Calcul et expression des résultats

Calculer la teneur en zinc de l'échantillon, w_{Zn} , en milligrammes par kilogramme, à l'aide de l'équation suivante:

$$w_{Zn} = \frac{\rho_{Zn} f V}{m}$$

où

ρ_{Zn} est la teneur en zinc de la solution d'essai, en milligrammes par litre, lue sur la courbe d'étalonnage (voir 9.4.2.2);

f est le facteur de dilution [volume final de la solution d'essai (voir 9.4.2.2) divisé par le volume de la solution d'essai initiale (voir 9.4.1) utilisé pour la dilution];

V est le volume de la solution d'essai (voir 9.4.1) 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 5725-1^[4] et l'ISO 5725-2^[5]. Les détails de l'essai interlaboratoires relatif à la fidélité de la méthode sont résumés dans la Référence [7].

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 d'essai identique 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

ISO 11813:2010

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a65951b9-e286-4d68-8567-024430248a1c/iso-11813-2010>

La différence absolue entre deux résultats d'essai individuels, obtenus à l'aide de la même méthode sur un matériau d'essai identique 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

Le rapport d'essai doit contenir au moins les informations suivantes:

- 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 (ISO 11813|FIL 156:2010);
- tous les détails opératoires non spécifiés dans la présente Norme internationale, ou considérés comme facultatifs, ainsi que les incidents éventuels susceptibles d'avoir influé sur le(s) résultat(s) d'essai;
- le(s) résultat(s) d'essai obtenu(s);
- si la répétabilité a été vérifiée, le résultat final cité qui a été obtenu.