
**Formules infantiles et produits
nutritionnels pour adultes —
Détermination de la teneur en
chrome, sélénium et molybdène —
Spectrométrie de masse avec plasma à
couplage inductif (ICP-SM)**

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

*Infant formula and adult nutritionals — Determination of chromium,
selenium and molybdenum — Inductively coupled plasma mass
spectrometry (ICP-MS)*

ISO 20649:2015

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/15524117-7d0e-4fee-b252-e8f2472d6226/iso-20649-2015>



Numéros de référence
ISO 20649:2015(F)
FIL 235:2015(F)

© ISO et FIL 2015

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 20649:2015

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/15524117-7d0e-4fee-b252-e8f2472d6226/iso-20649-2015>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO et FIL 2015, Publié en Suisse

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, 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, l'affichage sur l'internet ou sur un Intranet, sans autorisation écrite préalable. Les demandes d'autorisation peuvent être adressées à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Ch. de Blandonnet 8 • CP 401
CH-1214 Vernier, Geneva, Switzerland
Tel. +41 22 749 01 11
Fax +41 22 749 09 47
copyright@iso.org
www.iso.org

International Dairy Federation
Silver Building • Bd Auguste Reyers 70/B • B-1030 Brussels
Tel. + 32 2 325 67 40
Fax + 32 2 325 67 41
info@fil-idf.org
www.fil-idf.org

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
1 Domaine d'application	1
2 Principe	1
3 Réactifs et matériaux	1
4 Appareillage	2
5 Mode opératoire	3
5.1 Préparation de l'échantillon	3
5.2 Préparation de la solution d'essai	3
5.3 Détermination	4
6 Calculs	4
7 Validation de la méthode	5
7.1 Linéarité	5
7.2 Limite de quantification (LQ)	5
7.3 Correction de la matrice avec du méthanol	5
7.4 Effets des éléments facilement ionisables (EFI)	5
7.5 Spécificité	5
7.6 Exactitude	5
7.7 Fidélité	6
7.8 Robustesse	6
7.9 Reproductibilité	6
Annex A (informative) Données de fidélité	7
Bibliographie	8

ISO 20649:2015
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/15524117-7d0e-4fee-b252-e8f2472d6226/iso-20649-2015>

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 (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

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. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/patents).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, et pour toute autre information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'OMC concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: [Avant-propos – Informations supplémentaires.](http://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/15524117-7/doc-4fcc-6252-e8f2472d6226/iso-20649-2015)

Le comité chargé de l'élaboration du présent document est l'ISO/TC 34, *Produits alimentaires*, sous-comité SC 5, *Lait et produits laitiers* et la Fédération Internationale du Lait (FIL), en collaboration avec l'AOAC INTERNATIONAL. Elle est publiée conjointement par l'ISO et la FIL, et séparément, par l'AOAC INTERNATIONAL. La méthode décrite dans la présente Norme internationale est l'équivalent de la méthode officielle de l'AOAC 2011.19: *Chrome, sélénium et molybdène dans les formules infantiles et produits nutritionnels pour adultes, Spectrométrie de masse avec plasma à couplage inductif.*

La FIL (Fédération internationale du lait) est une organisation privée à but non lucratif qui représente les intérêts des divers acteurs de la filière laitière au niveau international. Les membres de la FIL sont organisés en comités nationaux, qui sont des associations nationales composées de représentants de groupes d'intérêt nationaux dans le secteur des produits laitiers, incluant des producteurs laitiers, des acteurs de l'industrie de transformation des produits laitiers, des fournisseurs de produits laitiers, des universitaires et des représentants des gouvernements/autorités chargées du contrôle des aliments.

L'ISO et la FIL collaborent étroitement sur toutes les activités de normalisation concernant les méthodes d'analyse et d'échantillonnage du lait et des produits laitiers. Depuis 2001, l'ISO et la FIL publient conjointement leurs Normes internationales en utilisant les logos et les numéros de référence des deux organisations.

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. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

L'ISO 20649|FIL 235 a été élaborée par le comité permanent de la FIL chargé des *Méthodes d'analyse de la composition* et par le comité technique de l'ISO, l'ISO/TC 34, *Produits alimentaires*, sous-comité SC 5, *Lait et produits laitiers*, en collaboration avec l'AOAC INTERNATIONAL. Elle est publiée conjointement par l'ISO et la FIL, et séparément, par l'AOAC INTERNATIONAL. La méthode décrite dans la présente Norme internationale est l'équivalent de la méthode officielle de l'AOAC 2011.19: *Chrome, sélénium et molybdène dans les formules infantiles et produits nutritionnels pour adultes, Spectrométrie de masse avec plasma à couplage inductif*.

ISO 20649:2015

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/15524117-7d0e-4fee-b252-6812472d6226/iso-20649-2015>

L'ensemble des travaux a été confié à l'équipe d'action mixte ISO/FIL C38 du comité permanent chargé des *Méthodes d'analyse de la composition*, sous la conduite de son chef de projet, M. Erik Konings (CH).

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

ISO 20649:2015

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/15524117-7d0e-4fee-b252-e8f2472d6226/iso-20649-2015>

Formules infantiles et produits nutritionnels pour adultes — Détermination de la teneur en chrome, sélénium et molybdène — Spectrométrie de masse avec plasma à couplage inductif (ICP-SM)

AVERTISSEMENT — L'utilisation de la présente Norme internationale peut impliquer des matériaux, des opérations et des équipements dangereux. La présente Norme internationale n'a pas pour but d'aborder tous les problèmes de sécurité liés à son utilisation. Avant d'utiliser la présente Norme internationale, il incombe à l'utilisateur d'établir des pratiques appropriées de sécurité et de protection de la santé et de déterminer l'applicabilité des restrictions réglementaires.

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination quantitative de la teneur en chrome, sélénium et molybdène dans les formules infantiles et produits nutritionnels pour adultes.^[1] La méthode a été validée lors d'un essai interlaboratoires portant sur sept matrices différentes.

2 Principe

Une prise d'essai est chauffée avec de l'acide nitrique dans un système de minéralisation par micro-ondes en récipient fermé à 200 °C. La solution d'essai minéralisée, ou une dilution appropriée, est introduite dans le spectromètre de masse avec plasma à couplage inductif (ICP-SM) normalisé avec des solutions d'étalonnage corrigées à l'acide. Un tampon d'ionisation (potassium) est utilisé pour réduire le plus possible les effets des éléments facilement ionisables (EFI), du méthanol est ajouté pour normaliser la teneur en carbone et du germanium et du tellure sont utilisés comme étalons internes. Il est admis de combiner l'analyse du Cr/Mo/Se avec le dosage simultané d'un de ces éléments ou de tous ces éléments: Na, K, P, Mg, Ca, Fe, Zn, Cu, Mn. L'ajout d'un tampon d'ionisation n'est pas nécessaire si les étalons de calibration contiennent déjà Na, K, Mg et/ou Ca.

3 Réactifs et matériaux

Pendant l'analyse, sauf indication contraire, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau distillée ou déminéralisée ou de l'eau d'une pureté équivalente. Des produits chimiques et des réactifs équivalents peuvent être utilisés.

3.1 Eau purifiée, 18 MΩ/cm.

3.2 Acide nitrique concentré (HNO₃), 65 % à 70 %, qualité métaux traces.

3.3 Peroxyde d'hydrogène (H₂O₂), 30 %, qualité réactif ACS.

3.4 Méthanol, pureté ≥ 99,99 %, qualité réactif analytique pour correction de la matrice.

3.5 Solution de potassium, concentration massique $\rho = 10\,000$ mg/l dans l'acide nitrique pour correction de la matrice.

La solution de potassium peut être remplacée par des étalons multi-éléments contenant du potassium si des minéraux majeurs sont dosés simultanément.

3.6 Étalons

3.6.1 Solution étalon mère multi-éléments Cr/Mo/Se dans l'acide nitrique, $\rho_{\text{Cr}} = 2 \text{ mg/l}$, $\rho_{\text{Mo}} = 2 \text{ mg/l}$ et $\rho_{\text{Se}} = 1 \text{ mg/l}$. Étalons High-Purity^{TM1)}, ou équivalents.

3.6.2 Solution étalon mère multi-éléments Ge/Te dans l'acide nitrique, $\rho_{\text{Ge}} = 5 \text{ mg/l}$ et $\rho_{\text{Te}} = 5 \text{ mg/l}$. Étalons High-Purity^{TM1)}, ou équivalents.

3.6.3 Matériau de référence standard MRS 1849a, du NIST (National Institute of Standards and Technology) ou autre matériau de référence normalisé approprié pour être utilisé comme contrôle pour cette analyse.

3.7 Préparation des solutions étalons

Préparer des étalons intermédiaires à partir de solutions étalons mères du commerce à 40 ng/ml pour le Cr et le Mo et à 20 ng/ml pour le Se. Il est également possible de préparer soi-même une solution étalon mère multi-éléments dans du HNO₃. Préparer trois étalons de travail multi-éléments contenant 0,8 ng/ml, 4,0 ng/ml et 20 ng/ml de Cr et Mo et 0,4 ng/ml, 2,0 ng/ml et 10 ng/ml de Se, ainsi qu'un blanc, avec 50 ng/ml d'étalons internes Ge et Te, dans du HNO₃. Le Ge est utilisé comme étalon interne pour le Cr et le Mo, et le Te doit être utilisé pour le Se.

4 Appareillage

Appareillage et verrerie de laboratoire habituels et, en particulier, les éléments suivants.

4.1 Four à micro-ondes Utiliser un micro-ondes du commerce conçu pour un usage en laboratoire entre 0 °C et 300 °C, équipé d'un système en récipient fermé et d'une fonction d'augmentation de température contrôlée. Choisir un récipient résistant à la pression maximale car la matière organique ainsi que les carbonates, si la durée de préminéralisation est insuffisante, produiront une pression significative pendant la minéralisation. Ventiler conformément aux recommandations du fabricant.

ATTENTION — L'utilisation du micro-ondes implique l'emploi d'une solution acide pressurisée à chaud. Utiliser une protection faciale et des vêtements de laboratoire appropriés.

4.2 ICP-SM. Spectromètre de masse ICP avec cellules de réaction par collision, et source d'hydrogène et d'hélium. Lors de l'essai interlaboratoires, cinq appareils ICP-SM de mode différent fournis par trois principaux fabricants ont permis d'obtenir des performances équivalentes.

4.3 Divers matériels en plastique et pipettes. Tubes en plastique à usage unique/tubes pour échantillonneur automatique pour contenir les solutions d'échantillon, pipettes volumétriques pour la préparation des étalons, micropipette réglable de 1 000 µl ou pipette à volume fixe de 500 µl pour l'ajout des étalons internes, étalonnées au point d'utilisation.

4.4 Balance analytique, pouvant être lue à 0,000 1 g près.

1) Ceci est un exemple d'un produit approprié disponible dans le commerce. Cette information est donnée par souci de commodité à l'intention des utilisateurs du présent document et ne saurait constituer un engagement de l'ISO ou de la FIL à l'égard de ce produit. Des produits équivalents peuvent être utilisés s'il est démontré qu'ils conduisent aux mêmes résultats.

5 Mode opératoire

5.1 Préparation de l'échantillon

Préparer des échantillons pulvérulents en reconstituant environ 25 g d'échantillon dans 200 ml d'eau tiède purifiée (60 °C). Peser exactement environ 1,8 g de prise d'essai reconstituée dans le récipient de minéralisation. Ceci représente environ 0,2 g d'échantillon pulvérulent d'origine. Le MRS 1849a est pesé à 0,2 g directement dans un récipient à micro-ondes. Des échantillons liquides peuvent être préparés en pesant avec précision environ 1 g de prise d'essai directement dans le récipient de minéralisation après mélange. Pour la minéralisation recommandée en une étape (deux étapes dans un programme au micro-ondes), ajouter 0,5 ml d'étalons internes Ge et Te à 5 000 ng/ml avec une micropipette étalonnée pour délivrer avec une précision d'au moins 0,8 %. Afin de bénéficier au maximum de l'étalon interne, et améliorer ainsi la robustesse de la présente méthode, ne pas ajouter les étalons internes directement. Ajouter 5 ml de HNO₃ de qualité métaux traces puis 2 ml de H₂O₂ dans les récipients de minéralisation par micro-ondes. Fermer les récipients conformément aux instructions du fabricant et les placer au micro-ondes. Augmenter la température de la température ambiante à 180 °C en 20 min, avec maintien pendant 20 min lors de l'étape 1. Pendant l'étape 2, le micro-ondes augmentera automatiquement à 200 °C en 20 min, avec maintien pendant 20 min, voir le [Tableau 1](#).

Tableau 1 — Paramètres de fonctionnement du micro-ondes

Étape 1 – Minéralisation de l'échantillon		
1	Puissance	100 % (1 600 W)
2	Augmentation de température	20 min
3	Temps de maintien	20 min
4	Température	180 °C
5	Refroidissement	20 min
Étape 2 – Minéralisation de l'échantillon		
1	Puissance	100 % (1 600 W)
2	Augmentation de température	20 min
3	Temps de maintien	20 min
4	Température	200 °C
5	Refroidissement	20 min

Pour les fours à micro-ondes équipés du programme à deux étapes et, lorsque cela est plus pratique, utiliser la minéralisation en deux étapes. Ajouter 0,5 ml d'étalons internes Ge et Te à 5 000 ng/ml (avec la micropipette étalonnée comme ci-dessus) et 5 ml de HNO₃ de qualité métaux traces. Ne pas ajouter les étalons internes directement. Avec les réglages de puissance appropriés pour le modèle de micro-ondes et le nombre de récipients, augmenter la température de la température ambiante à 200 °C en 20 min. Maintenir à 200 °C pendant 20 min. Refroidir les récipients conformément aux instructions du fabricant, pendant environ 20 min. Ouvrir lentement les récipients du micro-ondes et purger les gaz dioxyde d'azote brunâtres.

ATTENTION — La purge doit être effectuée sous une hotte car le NO₂ est très toxique.

Ajouter 1 ml de H₂O₂ et répéter la minéralisation des échantillons en augmentant la température de la température ambiante à 180 °C en 15 min. Maintenir à 180 °C pendant 15 min et refroidir pendant 20 min.

5.2 Préparation de la solution d'essai

Ajouter environ 20 ml d'eau purifiée dans le récipient contenant les échantillons minéralisés et transvaser dans un flacon d'échantillon de 50 ml. Rincer le récipient et transvaser l'eau de rinçage dans un flacon d'échantillon. Ajouter 0,5 ml de méthanol dans le flacon d'échantillon et diluer à 50 ml avec l'eau purifiée. Le méthanol peut également être ajouté directement à un pourcentage en volume de 1 %.