

NORME
INTERNATIONALE

ISO
15151
FIL 229

Première édition
2018-11

**Lait, produits laitiers, formules
infantiles et produits nutritionnels
pour adultes — Détermination
de la teneur en minéraux et en
oligo-éléments — Méthode par
spectrométrie d'émission atomique
avec plasma induit par haute
fréquence (ICP-AES)**

*Milk, milk products, infant formula and adult nutritionals —
Determination of minerals and trace elements — Inductively coupled
plasma atomic emission spectrometry (ICP-AES) method*

ISO 15151:2018

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/c45055b8-568c-4e80-bff7-13d615a07bb0/iso-15151-2018>



Numéros de référence
ISO 15151:2018(F)
FIL 229:2018(F)

© ISO et FIL 2018

iTeh Standards
(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview

[ISO 15151:2018](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/c45055b8-568c-4e80-bff7-13d615a07bb0/iso-15151-2018)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/c45055b8-568c-4e80-bff7-13d615a07bb0/iso-15151-2018>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO et FIL 2018

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, 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, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 401 • Ch. de Blandonnet 8
CH-1214 Vernier, Genève
Tél.: +41 22 749 01 11
Fax: +41 22 749 09 47
E-mail: copyright@iso.org
Web: www.iso.org

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

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principe	2
5 Réactifs	2
6 Appareillage	3
7 Échantillonnage	4
8 Préparation de l'échantillon d'essai	4
8.1 Lait et lactosérum.....	4
8.2 Lait en poudre, lactosérum en poudre et formule infantile.....	4
8.3 Fromage.....	4
9 Mode opératoire	4
9.1 Prise d'essai.....	4
9.1.1 Généralités.....	4
9.1.2 Lait et lactosérum.....	5
9.1.3 Lait en poudre, lactosérum en poudre, formule infantile, beurre et fromage.....	5
9.1.4 Essai à blanc.....	5
9.2 Minéralisation de la matière organique.....	5
9.2.1 Minéralisation par voie humide.....	5
9.3 Détermination.....	6
9.3.1 Préparation de la solution d'essai.....	6
9.3.2 Mesurage par ICP-AES.....	6
10 Calcul et expression des résultats	7
10.1 Calculs.....	7
10.2 Expression des résultats d'essai.....	8
11 Fidélité	8
11.1 Généralités.....	8
11.2 Répétabilité.....	8
11.3 Reproductibilité.....	8
12 Rapport d'essai	9
Annexe A (informative) Données de fidélité	10
Annexe B (informative) Notes relatives à la technique de détection, aux interférences et à la quantification	26
Bibliographie	29

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 attirée 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/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.

Pour une explication de la nature volontaire des normes, la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: www.iso.org/iso/fr/avant-propos.

Le présent document a été élaboré par le comité technique de 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 le présent document est l'équivalent de la méthode officielle de l'AOAC 2011.14: *Minerals and Trace Elements in Infant Formula* (Minéraux et oligo-éléments dans les formules infantiles).

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse www.iso.org/fr/members.html.

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'ISO et la FIL attirent l'attention sur la possibilité que certains des éléments du présent document puissent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle. 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.

Le présent document a été élaboré 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 le présent document est l'équivalent de la méthode officielle de l'AOAC 2011.14: *Minerals and Trace Elements in Infant Formula* (Minéraux et oligo-éléments dans les formules infantiles). L'ensemble des travaux a été confié à l'Équipe d'Action ISO-FIL C17 du Comité permanent chargé des Méthodes d'analyse de la composition, sous la conduite de son chef de projet, M. H. Crujisen (NL).

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/c45055b8-568c-4e80-bff7-13d615a07bb0/iso-15151-2018>

Lait, produits laitiers, formules infantiles et produits nutritionnels pour adultes — Détermination de la teneur en minéraux et en oligo-éléments — Méthode par spectrométrie d'émission atomique avec plasma induit par haute fréquence (ICP-AES)

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode de détermination quantitative de la teneur en calcium (Ca), cuivre (Cu), fer (Fe), magnésium (Mg), manganèse (Mn), phosphore (P), potassium (K), sodium (Na) et zinc (Zn) par spectrométrie d'émission atomique avec plasma induit par haute fréquence (ICP-AES). La méthode est applicable au lait, au lait en poudre, au beurre, au fromage, au lactosérum, au lactosérum en poudre, aux formules infantiles et aux produits nutritionnels pour adultes dans les plages données dans le [Tableau 1](#).

Tableau 1 — Plages analytiques

	Ca	Cu	Fe	Mg	Mn	P	K	Na	Zn
Limite inférieure de la plage analytique ^a , en mg/100 g	20	0,03	0,5	3	0,01	15	10	10	0,2
Limite supérieure de la plage analytique ^a , en mg/100 g	1 280	1,2	20	110	1,0	800	2 000	850	18

^a Les concentrations s'appliquent aux produits suivants:

- lait et liquides prêts à l'emploi tels quels, en utilisant une taille d'échantillon typique de 4 g pour 25 ml de volume de solution analytique finale; et
- lait en poudre, formule infantile en poudre et produit nutritionnel pour adultes en poudre reconstitués (25 g dans 200 g d'eau), en utilisant une taille d'échantillon typique de masse de la suspension reconstituée pour 25 ml de volume de solution analytique finale.

Les plages concernant les ingrédients laitiers non reconstitués (beurre, fromage, lactosérum en poudre, concentrés de protéines de lactosérum) sont ajustées proportionnellement vers le haut à partir de ces valeurs sur la base de la taille d'échantillon utilisée pour l'ingrédient. Par exemple, si 0,6 g de fromage est minéralisé, les plages seront de 4 g/0,6 g = 6,7 x supérieures.

2 Références normatives

Les documents suivants sont cités dans le texte de sorte qu'ils constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences 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 648, *Verrerie de laboratoire — Pipettes à un volume*

ISO 1042, *Verrerie de laboratoire — Fioles jaugées à un trait*

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

3 Termes et définitions

Aucun terme n'est défini dans le présent document.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>

4 Principe

La matière organique est décomposée par minéralisation par voie humide en utilisant de l'acide nitrique dans un système de minéralisation par voie humide équipé d'un micro-ondes pressurisé ou tout autre instrument approprié pour la minéralisation par voie humide, et diluée. Un étalon interne est utilisé. Les solutions d'essai et d'étalonnage sont atomisées dans le plasma d'un spectromètre avec plasma à couplage inductif et l'émission est mesurée aux longueurs d'onde appropriées en utilisant un étalonnage externe.

5 Réactifs

AVERTISSEMENT — L'utilisation du présent document peut impliquer l'utilisation de matériaux et de réactifs dangereux et l'exécution d'opérations dangereuses. Le présent document n'a pas vocation à aborder tous les problèmes de sécurité liés à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur du présent document d'établir des pratiques de santé et de sécurité appropriées.

Sauf spécification contraire, utiliser exclusivement des réactifs de qualité analytique reconnue.

5.1 Eau, conforme à l'ISO 3696, grade 2, sauf indication contraire.

5.2 Acide nitrique (HNO₃), concentré, ayant une fraction massique de 65 %.

5.3 Solution d'acide nitrique (HNO₃), fraction volumique de 10 %. Ajouter une part de HNO₃ (5.2) à sept parts d'eau et mélanger.

5.4 Solutions mères des éléments Ca, P, K (chacun de concentration massique $\rho = 10\,000$ mg/l) et Cu, Fe, Mg, Mn, Na, Zn (chacun de $\rho = 1\,000$ mg/l).

Utiliser une solution mère d'élément adaptée, de préférence certifiée. Des solutions mères à un seul élément ainsi que des solutions mères multi-éléments avec des spécifications adéquates indiquant l'acide employé (le plus souvent l'acide nitrique) et la technique de préparation sont disponibles dans le commerce. Ne pas utiliser la solution mère d'élément après la date d'expiration.

5.5 Solutions étalons

5.5.1 Généralités

Selon le domaine d'application, différentes solutions étalons multi-éléments peuvent être nécessaires. En général, lors de la combinaison de solutions étalons multi-éléments, leur compatibilité chimique et l'hydrolyse possible des composants doivent être prises en compte. Les exemples fournis ci-dessous considèrent également la plage de mesurage des divers instruments d'ICP-AES et la concentration attendue des éléments dans le lait et les produits laitiers.

Les solutions étalons multi-éléments sont considérées comme stables pendant plusieurs mois si elles sont conservées à l'abri de la lumière (respecter la date de péremption spécifiée par le fabricant). D'autres combinaisons d'éléments à différentes concentrations peuvent être utilisées, à condition que les solutions mères d'élément (5.4) soient diluées avec le même acide et à une concentration similaire à celle utilisée pour la solution d'essai, afin de préparer une gamme d'étalons couvrant la concentration des éléments à déterminer.

Conserver les solutions étalons de travail dans un flacon en polyéthylène de haute densité (6.6) afin d'éviter toute contamination.

5.5.2 Solution étalon de travail de Fe, $\rho = 400$ mg/l.

Pipeter 20,0 ml de solution mère de Fe (5.4) dans une fiole jaugée de 50 ml. Compléter jusqu'à 50 ml avec de l'eau. Transférer la solution étalon de travail dans une bouteille de stockage adaptée (6.6).

5.5.3 Solution étalon de travail de Cu, Mn et Zn, $\rho = 50$ mg Cu, 50 mg Mn et 200 mg Zn/l.

Pipeter 5,00 ml de Cu, 5,00 ml de Mn et 20,0 ml de Zn de la solution mère d'élément correspondante (5.4) dans une fiole jaugée de 100 ml. Compléter jusqu'à 100 ml avec de l'eau. Transférer la solution étalon de travail dans une bouteille de stockage adaptée (6.6).

5.6 Solution étalon interne, par exemple, yttrium, indium ou strontium, $\rho = 1\ 000$ mg/l.

5.7 H₂O₂, avec une fraction volumique de 30 %.

6 Appareillage

Nettoyer soigneusement toute la verrerie ainsi que les récipients en plastique, y compris les récipients de minéralisation par micro-ondes, avec la solution d'acide nitrique (5.3), rincer trois fois à l'eau (5.1) et laisser sécher. Conserver la verrerie et les récipients en plastique nettoyés à l'abri de la poussière, afin d'être sûr qu'au moment de leur utilisation, ils n'aient pas été contaminés.

Utiliser l'appareillage courant de laboratoire et, en particulier, ce qui suit.

6.1 Balance analytique, capable de peser à 1 mg près, avec une précision de lecture de 0,1 mg.

6.2 Fioles jaugées à un trait, de différentes capacités nominales, Classe A conformément à l'ISO 1042.

6.3 Pipettes à un trait, de différentes capacités nominales, conformes aux exigences de l'ISO 648.

6.4 Micropipettes, capacité ajustée entre 0,100 ml et 1,000 ml et entre 1 ml et 5 ml, avec embouts de pipette en plastique.

6.5 Distributeur, capable de distribuer entre 1 ml et 10 ml.

6.6 Bouteilles en polyéthylène haute densité, destinées au stockage des solutions étalons et d'échantillons.

6.7 Système de minéralisation par voie humide équipé d'un four à micro-ondes pressurisé, ayant une puissance comprise entre 0 W et 1 800 W réglable par l'opérateur, muni de régulateurs de pression et de température, et d'un dispositif de refroidissement, équipé de récipients appropriés d'une capacité de 75 ml, du type disponible dans le commerce ou équivalent.

6.8 Instrument d'ICP-AES

L'instrument doit être équipé, au minimum, d'un plasma radial. Un plasma axial est également acceptable. Une correction du bruit de fond doit également être effectuée si nécessaire. Les réglages des conditions de travail [par exemple, hauteur de visualisation, débits de gaz, fréquence radio (RF) ou puissance plasma, vitesse d'aspiration de l'échantillon, temps d'intégration, nombre de répliquats] doivent être optimisés conformément aux instructions du fabricant.

6.9 Bains d'eau, capables de maintenir une température de 20 °C ± 2 °C et 40 °C ± 2 °C.

6.10 Broyeur adapté

6.11 Tubes pour échantillonneur

6.12 Chambre de nébulisation cyclonique

6.13 Nébulisateur concentrique

7 Échantillonnage

Il convient que le laboratoire reçoive un échantillon représentatif. Il convient qu'il ne soit pas endommagé, ni modifié lors du transport ou du stockage. L'échantillonnage ne fait pas partie de la méthode spécifiée dans le présent document. Une méthode d'échantillonnage recommandée est donnée dans l'ISO 707 | FIL 50[1].

Conserver les échantillons d'essai de sorte à éviter toute détérioration et modification de leur composition.

8 Préparation de l'échantillon d'essai

8.1 Lait et lactosérum

Placer l'échantillon d'essai dans le bain d'eau (6.9) à 20 °C et mélanger soigneusement. S'agissant de lait, si la graisse n'est pas répartie de façon homogène, chauffer doucement l'échantillon d'essai dans un bain d'eau (6.9) à 40 °C. Mélanger doucement seulement en retournant le récipient. Une fois l'échantillon soigneusement mélangé, le refroidir rapidement dans le bain d'eau (6.9) à 20 °C.

8.2 Lait en poudre, lactosérum en poudre et formule infantile

Verser l'échantillon d'essai dans un récipient d'une capacité environ deux fois supérieure au volume de l'échantillon et muni d'un couvercle hermétique. Fermer immédiatement le récipient. Mélanger soigneusement le lait en poudre en agitant de manière répétée et en renversant le récipient.

8.3 Fromage

Enlever la croûte, la morge ou la surface moisie du fromage de manière à obtenir un échantillon d'essai représentatif du fromage tel qu'il est habituellement consommé. Broyer l'échantillon d'essai avec un dispositif approprié (6.10). Mélanger rapidement l'ensemble de la masse et, de préférence, broyer à nouveau rapidement.

Si l'échantillon d'essai ne peut pas être broyé (par exemple du fromage à pâte molle), mélanger soigneusement l'ensemble de l'échantillon. Verser immédiatement l'échantillon prétraité, ou une portion représentative d'échantillon, dans un récipient muni d'un couvercle hermétique.

Analyser l'échantillon d'essai dès que possible après le broyage. Ne pas examiner les fromages broyés qui présentent une moisissure anormale ou qui sont en phase de dégradation.

9 Mode opératoire

9.1 Prise d'essai

9.1.1 Généralités

S'il est demandé de vérifier la répétabilité, effectuer deux déterminations individuelles dans des conditions de répétabilité.

AVERTISSEMENT — Lors de l'utilisation d'un système fonctionnant sous pression (système de minéralisation par voie humide équipé d'un micro-ondes pressurisé par exemple), prendre des précautions pour éviter tout risque d'explosion. Tenir compte en particulier de la taille de la prise d'essai. Dans un récipient pour la minéralisation d'environ 75 ml, la masse totale de matière sèche de l'échantillon à minéraliser ne doit pas excéder 1 g.

9.1.2 Lait et lactosérum

Peser, à 1 mg près, 4 g de l'échantillon d'essai préparé (8.1) dans le récipient pour micro-ondes (6.7) ou le tube de minéralisation.

9.1.3 Lait en poudre, lactosérum en poudre, formule infantile, beurre et fromage

Peser, à 1 mg près, 1 g de l'échantillon d'essai préparé (8.2) ou 0,5 g de beurre ou 0,5 g à 0,8 g de fromage (8.3) dans le récipient pour micro-ondes (6.7) pour minéralisation sous pression. Peser, à 1 mg près, 0,4 g à 0,5 g de l'échantillon d'essai préparé (8.2) ou 0,3 g de beurre ou 0,3 g de fromage (8.3) dans un tube de minéralisation.

Si la répétabilité des échantillons n'est pas satisfaisante, réaliser une première étape pour réduire la variation inhérente à l'homogénéité. Dissoudre 25 g de poudre dans 200 g d'eau, puis prélever une aliquote pour analyse.

9.1.4 Essai à blanc

Parallèlement au mode opératoire pour la prise d'essai, effectuer un essai à blanc en utilisant le même mode opératoire et la même quantité de chaque réactif que pour les étapes de décomposition (9.2) et de détermination (9.3) sur la prise d'essai.

Les quantités ajoutées peuvent être modifiées.

9.2 Minéralisation de la matière organique

9.2.1 Minéralisation par voie humide

9.2.1.1 Généralités

Utiliser un système de minéralisation par voie humide équipé d'un micro-ondes pressurisé (6.7) ou tout instrument approprié pour la minéralisation par voie humide.

9.2.1.2 Système de minéralisation par voie humide équipé d'un micro-ondes pressurisé avec étalon interne

Placer les récipients contenant l'échantillon d'essai (9.1.2 ou 9.1.3) et le blanc (9.1.4) sous une hotte aspirante. Ajouter 10 ml d'acide nitrique (5.2) et 0,125 ml d'étalon interne (5.6). Mélanger délicatement d'un mouvement rotatif et attendre quelques minutes avant de fermer le récipient. Placer le récipient dans le four à micro-ondes (6.7). Appliquer le programme de minéralisation avec le système pressurisé mentionné dans le [Tableau 2](#).