

NORME  
INTERNATIONALE

ISO  
21424

FIL 243

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 de masse avec plasma à  
couplage inductif (ICP-SM)**

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

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

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b1b1fdb3-ec76-49bc-8f69-87538a879268/iso-21424-2018>



Numéros de référence  
ISO 21424:2018(F)  
FIL 243:2018(F)

© ISO et FIL 2018

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

ISO 21424:2018

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b1b1fdb3-ec76-49bc-8f69-87538a879268/iso-21424-2018>



### 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](mailto:copyright@iso.org)  
Web: [www.iso.org](http://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](mailto:info@fil-idf.org)  
Web: [www.fil-idf.org](http://www.fil-idf.org)

Publié en Suisse

# Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
<b>1</b> <b>Domaine d'application</b> .....	<b>1</b>
<b>2</b> <b>Références normatives</b> .....	<b>1</b>
<b>3</b> <b>Termes et définitions</b> .....	<b>2</b>
<b>4</b> <b>Principe</b> .....	<b>2</b>
<b>5</b> <b>Réactifs</b> .....	<b>2</b>
<b>6</b> <b>Préparations des étalons et des solutions</b> .....	<b>3</b>
6.1    Solution de tensioactif (facultative, environ 5 %).....	3
6.2    Solution de rinçage à l'acide nitrique pour l'orifice de rinçage de l'échantillonneur automatique, 2 %.....	3
6.3    Solution de travail pour optimisation du facteur P/A.....	4
6.4    Blanc d'étalonnage (Blc Étal) et blanc de préparation (BP).....	4
6.5    Ensemble de solutions étalons.....	4
<b>7</b> <b>Appareillage</b> .....	<b>4</b>
<b>8</b> <b>Préparation de l'échantillon d'essai</b> .....	<b>5</b>
<b>9</b> <b>Détermination</b> .....	<b>6</b>
<b>10</b> <b>Calculs</b> .....	<b>7</b>
<b>11</b> <b>Données de fidélité</b> .....	<b>8</b>
11.1    Généralités.....	8
11.2    Répétabilité.....	8
11.3    Reproductibilité.....	8
<b>12</b> <b>Rapport d'essai</b> .....	<b>8</b>
<b>Annexe A</b> (informative) <b>Données de fidélité</b> .....	<b>10</b>
<b>Bibliographie</b> .....	<b>35</b>

ITeH STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

ISO 21424:2018

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b1b1f1b3-ec76-49bc-8f69-87538a879268/iso-21424-2018>

## 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](http://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](http://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 [www.iso.org/avant-propos](http://www.iso.org/avant-propos).

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 34, *Produits alimentaires*, sous-comité SC 5, *Lait et produits laitiers* et la Fédération internationale de laiterie (FIL), en collaboration avec l'AOAC INTERNATIONAL.

Il est publié 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 2015.06: *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](http://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'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. 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](http://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.

Il est publié 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 2015.06: *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 mixte ISO/FIL C40 du comité permanent chargé des Méthodes d'analyse de la composition, sous la conduite de son chef de projet, M. H. Crujisen (NL).

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

ISO 21424:2018

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b1b1fdb3-ec76-49bc-8f69-87538a879268/iso-21424-2018>

# Lait, produits laitiers, formules infantiles et produits nutritionnels pour adultes — Détermination de la teneur en minéraux et en oligo-éléments — Méthode par spectrométrie de masse avec plasma à couplage inductif (ICP-SM)

## 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), zinc (Zn), chrome (Cr), molybdène (Mo) et sélénium (Se) par spectrométrie de masse avec plasma à couplage inductif (ICP-SM).

La méthode est applicable pour la détermination de la totalité des 12 éléments dans les formules infantiles et les produits nutritionnels pour adultes. La méthode est également applicable au lait, au lait en poudre, au lactosérum en poudre, au beurre et au fromage, à l'exclusion de la détermination du Cr, car tous les résultats de Cr étaient inférieurs à la limite de quantification et la reproductibilité n'a pas pu être établie dans ces matrices.<sup>[1]</sup> La présente méthode est une extension de l'ISO 20649 | FIL 235 (AOAC 2011.19<sup>[2]</sup>) qui n'a été validée que pour le Cr, le Mo et le Se dans les formules infantiles et les produits nutritionnels pour adultes.

Les plages données dans le [Tableau 1](#) font partie du domaine d'application du présent document (voir également le [Tableau A.1](#)).

ISO 21424:2018

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b1b1fdb3-ec76-49bc-8f69-814022875011>

### Tableau 1 — Plages d'analyse

	Ca	Cu	Fe	Mg	Mn	P	K	Na	Zn	Cr	Se	Mo
Limite inférieure de la plage analytique <sup>a</sup> , en mg/100 g	3	0,002	0,04	0,7	0,002	3	3	2	0,07	0,002	0,000 6	0,000 2
Limite supérieure de la plage analytique <sup>a</sup> , en mg/100 g	1 280	1,2	20	110	1,0	800	2 000	850	18	0,16	0,05	0,10

<sup>a</sup> Les concentrations s'appliquent:

— au lait et aux liquides prêts à l'emploi tels quels, en utilisant une taille d'échantillon typique de 1 g pour 50 ml de volume de solution analytique finale; et

— au lait en poudre reconstitué, aux formules infantiles en poudre reconstituées et aux produits nutritionnels pour adultes en poudre reconstitués (25 g dans 200 g d'eau), en utilisant une taille d'échantillon typique de 1,8 g de suspension reconstituée pour 50 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 0,3 g de fromage sont minéralisés, les plages seront 1 g/0,3 g = 3,3 × supérieures.

## 2 Références normatives

Le présent document ne contient aucune référence normative.

### 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

De l'acide nitrique, l'étalon interne, et du peroxyde d'hydrogène sont ajoutés à l'échantillon dans des récipients pour micro-ondes et les échantillons sont minéralisés à 200 °C par une méthode à régulation de température préprogrammée. L'ajout de peroxyde d'hydrogène aide à réduire les niveaux de carbone et d'oxyde nitreux dans l'échantillon minéralisé. La présence de carbone dans les échantillons provoque une élévation du signal du Se. Par conséquent, afin de prendre en compte l'effet matrice des échantillons, du carbone sous forme de méthanol est ajouté aux solutions d'étalonnage et aux échantillons minéralisés avant l'analyse. L'ajout d'un tampon d'ionisation n'est pas nécessaire, car les étalons multi-éléments et les échantillons contiennent toujours des quantités importantes des éléments facilement ionisés. Du germanium (Ge, pour 11 éléments) et du tellure (Te, pour Se uniquement) sont utilisés comme étalons internes. L'analyse est réalisée par ICP-SM. Les interférences polyatomiques sur les éléments de faible masse sont réduites ou éliminées par analyse en mode de collision de l'He avec discrimination en énergie cinétique (KED). Pour les mesurages du Se, le mode gaz H<sub>2</sub> est préféré pour une sensibilité plus élevée. La quantification des 12 éléments est obtenue pratiquement de manière simultanée, en comparant les rapports de réponse analyte/étalon interne dans les échantillons inconnus à une courbe d'étalonnage construite à partir des rapports de réponse des étalons.

ISO 21424:2018

### 5 Réactifs

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b1b1fdb3-ec76-49bc-8f69-87538a879268/iso-21424-2018>

**AVERTISSEMENT — L'utilisation du présent document peut impliquer l'utilisation de matériaux et de réactifs dangereux et l'exécution d'opérations dangereuses. La présente norme 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.**

- 5.1 **Méthanol**, pureté ≥ 99,99 %, qualité réactif analytique.
- 5.2 **Acide nitrique (HNO<sub>3</sub>)**, concentré, qualité réactif ultrapur.
- 5.3 **Acide nitrique (HNO<sub>3</sub>)**, concentré, qualité métaux traces.
- 5.4 **H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>**, avec une fraction volumique de 30 %, qualité réactif ACS.
- 5.5 **Eau de qualité laboratoire**, filtrée, exempte de métaux, particules organiques, pyrogènes, de résistivité 18 MΩ-cm.
- 5.6 **Tensioactif**, par exemple, Tergitol®<sup>1)</sup> Type 15-S-9, Sigma ou équivalent (facultatif).
- 5.7 **Gaz argon**, pureté ≥ 99,996 %.
- 5.8 **Gaz hélium**, pureté ≥ 99,999 9 %.

1) Tergitol® est un exemple de produit approprié disponible dans le commerce. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs du présent document et ne signifie nullement que l'ISO ou la FIL approuve ou recommande l'emploi exclusif du produit ainsi désigné.

**5.9 Gaz hydrogène**, pureté  $\geq 99,999\ 5\ \%$ , pour les analyses du Se (recommandé).

**5.10 Solution étalon mère multi-éléments.**

NIST ou traçable au NIST contenant le Se à une concentration massique  $\rho = 20\ \mu\text{g/l}$ ; Cr et Mo à  $40\ \mu\text{g/l}$ ; Mn et Cu à  $0,25\ \text{mg/l}$ ; Zn à  $1\ \text{mg/l}$ ; Fe à  $2,5\ \text{mg/l}$ ; mg à  $10\ \text{mg/l}$ ; P à  $25\ \text{Mg/l}$ ; Ca et K à  $50\ \text{mg/l}$  et Na à  $25\ \text{mg/l}$  dans du  $\text{HNO}_3$  à  $2\ \%$  + acide hydrofluorique (HF) à l'état de traces. Cette solution étalon mère expire à la date fournie par le fabricant.

**5.11 Solution étalon interne mère multi-éléments (EI mère).**

NIST ou traçable au NIST contenant le Ge et le Te à  $5\ \text{mg/l}$  dans le  $\text{HNO}_3$  à  $2\ \%$  + HF à l'état de traces. Cette solution étalon mère expire à la date fournie par le fabricant.

**5.12 Solutions mères d'optimisation et pour optimisation du facteur P/A (impulsion/analogique).**

NIST ou traçable au NIST contenant divers éléments aux niveaux de concentration recommandés par le fabricant. Cette méthode déterminant les éléments majeurs à des concentrations relativement élevées pour une méthode par ICP-SM, il est important de concevoir les solutions nécessaires et le mode opératoire permettant d'obtenir des courbes d'étalonnage de haute qualité, dans lequel le détecteur est utilisé à la fois en mode comptage d'impulsions et analogique. Un instrument correctement étalonné fournira les exigences de linéarité de la méthode; par exemple, résidus d'étalonnage  $< 4\ \%$ , voir [l'Article 9](#).

iTeh STANDARD PREVIEW

**5.13 Échantillon de contrôle qualité (QCS)**  
 (standards.iteh.ai)

Matériau de référence standard (MRS)<sup>2)</sup> 1849a<sup>2)</sup> hybride formule infantile/produit nutritionnel pour adultes en poudre à base de lait avec valeurs certifiées de Ca, Cu, Cr, Fe, Mg, Mn, Mo, P, K, Se, Na et Zn. Fourni sous forme d'une unité de 10 paquets contenant chacun environ 10 g de matériel. C'est le matériel de contrôle recommandé pour cette analyse, mais il peut être remplacé par d'autres MRS.

**6 Préparations des étalons et des solutions**

**6.1 Solution de tensioactif (facultative, environ 5 %)**

Ajouter environ 700 ml d'eau de qualité laboratoire dans une bouteille en plastique d'1 l contenant un barreau d'agitation revêtu de polytétrafluoroéthylène (PTFE). Placer la bouteille sur un agitateur magnétique et commencer l'agitation à vitesse modérée. Ajouter lentement 50 ml de tensioactif à partir d'une éprouvette graduée. Lorsque le tensioactif est dissout, compléter la bouteille à environ 1 000 ml avec de l'eau de qualité laboratoire. Transférer dans une bouteille en plastique d'1 l équipée d'un distributeur en PTFE de volume ajustable entre 1 ml et 10 ml. Cette solution est ajoutée à la solution de rinçage de l'échantillonneur automatique pour réduire au maximum l'accumulation de résidus dans la chambre de nébulisation. Elle n'affecte pas par ailleurs l'analyse. Délai de péremption: 6 mois. Conservation à température ambiante.

**6.2 Solution de rinçage à l'acide nitrique pour l'orifice de rinçage de l'échantillonneur automatique, 2 %**

Mélanger 20 ml d'acide nitrique concentré ([5.2](#)) avec 20 ml de solution de tensioactif ([6.1](#)) et d'eau de qualité laboratoire pour préparer un volume total de 1 000 ml. Délai de péremption: 3 mois. Conservation à température ambiante.

2) MRS 1849a est l'appellation commerciale d'un produit distribué par le NIST (National Institute of Standards and Technology). Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs du présent document et ne signifie nullement que l'ISO ou la FIL approuve ou recommande l'emploi exclusif du produit ainsi désigné. Des produits équivalents peuvent être utilisés s'il peut être démontré qu'ils conduisent aux mêmes résultats.

### 6.3 Solution de travail pour optimisation du facteur P/A

Diluer et/ou combiner les solutions mères pour optimisation du facteur P/A (ou l'équivalent) au niveau de dilution recommandé par le fabricant avec de l'eau de qualité laboratoire pour utilisation sur l'instrument. Délai de péremption: 6 mois. Conservation à température ambiante.

### 6.4 Blanc d'étalonnage (Blc Étal) et blanc de préparation (BP)

Ajouter environ 15 ml d'eau de qualité laboratoire dans une fiole jaugée de 50 ml. Distribuer (en utilisant un distributeur pour bouteille ou une pipette) 5 ml d'acide nitrique (5.2) dans la même fiole jaugée. Pipeter (à l'aide d'une pipette numérique étalonnée) 0,5 ml de la solution EI mère et 0,5 ml de méthanol (5.1). Compléter au volume avec de l'eau de qualité laboratoire. Cette solution sert à la fois de blanc d'étalonnage (Blc Étal) et de blanc de préparation (BP). Utiliser les mêmes lots de réactif pour les échantillons. Délai de péremption: 2 jours. Conservation à température ambiante.

### 6.5 Ensemble de solutions étalons

Préparer les solutions étalons Blc Étal, Étalon 1, Étalon 2, Étalon 3 et Étalon 4 en pipetant à l'aide d'une pipette volumétrique (7.10) 0 ml, 1,00 ml, 5,00 ml, 20,00 ml et 40,00 ml respectivement de la solution étalon mère multi-éléments dans des fioles jaugées ou des tubes d'échantillon séparés de 50 ml. Ajouter 0,5 ml de la solution EI à l'aide d'une pipette volumétrique (7.10) ou d'une pipette numérique étalonnée au point d'utilisation à une précision de 0,8 %, 5 ml (à l'aide d'un repipeteur ou d'un distributeur pour bouteille en PTFE) d'acide nitrique (5.2) et 0,5 ml de méthanol (5.1) à chaque fiole. Compléter les fioles au volume avec de l'eau de qualité laboratoire. Délai de péremption: 2 jours. Conservation à température ambiante. Les concentrations d'analyte et d'EI dans les solutions étalons sont indiquées dans le [Tableau 2](#).

(standards.iteh.ai)

Tableau 2 — Concentrations des étalons et EI dans les solutions étalons

	Blanc d'étalonnage	Étalon 1	Étalon 2	Étalon 3	Étalon 4	EI <sup>a</sup>
Na, mg/l	0	0,500	2,50	10,0	20,0	Ge
Mg, mg/l	0	0,200	1,00	4,00	8,00	Ge
P, mg/l	0	0,500	2,50	10,0	20,0	Ge
K, mg/l	0	1,00	5,00	20,0	40,0	Ge
Ca, mg/l	0	1,00	5,00	20,0	40,0	Ge
Cr, µg/l	0	0,800	4,00	16,0	32,0	Ge
Mn, mg/l	0	0,005 00	0,025 0	0,100	0,200	Ge
Fe, mg/l	0	0,050 0	0,250	1,00	2,00	Ge
Cu, mg/l	0	0,005 00	0,025 0	0,100	0,200	Ge
Zn, mg/l	0	0,020 0	0,100	0,400	0,800	Ge
Se, µg/l	0	0,400	2,00	8,00	16,0	Te
Mo, µg/l	0	0,800	4,00	16,0	32,0	Ge

<sup>a</sup> Étalon interne (EI) ajouté à 50 µg/l.

## 7 Appareillage

### 7.1 Spectromètre de masse avec plasma à couplage inductif.

Il doit contenir une chambre de nébulisation à quartz, une torche à quartz, un cône d'échantillon Ni/Pt, un cône écumeur Ni/Pt, un échantillonneur automatique et une imprimante. Le spectromètre de masse ICP doit posséder des cellules réactionnelles de collision (CRC). Lors de deux essais interlaboratoires séparés, quatre instruments ICP-SM de modèles différents fournis par trois principaux fabricants ont permis d'obtenir des performances équivalentes[1][2].

## 7.2 Four à micro-ondes.

Four à 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 régulée. Utiliser des récipients recommandés par le fabricant. Dans l'étude interlaboratoires, cinq conceptions différentes de micro-ondes ont fourni des performances équivalentes<sup>[1]</sup>.

**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.**

## 7.3 Générateur d'hydrogène, recommandé pour une meilleure sensibilité au Se.

Fourniture à la demande d'hydrogène pur à > 99,999 % à > 150 ml/min. Une bouteille à haute pression (pureté 99,999 %) peut également être utilisée.

## 7.4 Agitateur magnétique et barreaux aimantés revêtus de PTFE.

## 7.5 Balance analytique.

## 7.6 Hotte.

## 7.7 Verrerie/Récipients en plastique de laboratoire courants.

## 7.8 Repipeteur, 50 ml.

## 7.9 Distributeur pour bouteille, PTFE, volume réglable de 0,5 ml à 5 ml.

## 7.10 Pipettes volumétriques, Classe A conformément à l'ISO 1042,<sup>[3]</sup> tailles assorties.

## 7.11 Pipettes numériques, 1 ml, réglables, permettant de distribuer un volume de 500 µl avec une erreur de justesse meilleure que 0,8 % et une fidélité meilleure que 0,2 % en écart-type relatif (RSD).

# 8 Préparation de l'échantillon d'essai

Effectuer une seule préparation d'échantillon pour la détermination de l'ensemble des 12 éléments.

NOTE L'ISO 20649 | FIL 235<sup>[4]</sup> pour le Cr, le Mo et le Se exige l'obtention d'échantillons en double et le calcul de la moyenne des résultats obtenus, mais une reproductibilité comparable a été obtenue dans une seconde étude interlaboratoires avec la méthode à 12 éléments décrite dans le présent document, dans laquelle un seul échantillon a été analysé<sup>[1]</sup>.

Dans des récipients pour échantillon, peser des prises d'essai à 0,000 1 g près. Pour les produits liquides (y compris le lait), la taille des prises d'essai est de 1,0 g. Les échantillons liquides doivent être soigneusement agités (par exemple, 5 min dans un agitateur mécanique), le récipient ouvert et le contenu versé dans un récipient en plastique dans lequel est placé un barreau magnétique. Tout en agitant, pipetter l'échantillon de 1 g à l'aide d'une pipette jetable pour le peser directement dans le récipient pour micro-ondes préalablement taré. Pour les ingrédients tels que le lactosérum en poudre ou le concentré de protéines de lactosérum, utiliser directement une masse de 0,3 g.

Pour les produits en poudre, y compris les laits entiers en poudre, la taille de la prise d'essai est de 0,20 g, qu'il convient de prélever à partir d'une reconstitution de 25 g de poudre dans 200 g d'eau de qualité laboratoire chaude (60 °C) (c'est-à-dire 1,8 g de la reconstitution à 11,1 %).

Pour le beurre ou le fromage (prendre une portion sans moisissure), utiliser directement une masse de 0,3 g. Après avoir pesé l'échantillon, ajouter 0,5 ml de solution EI mère à l'aide d'une pipette numérique, 5 ml d'acide nitrique ([5.2](#)) et 2 ml de peroxyde d'hydrogène à 30 %.

La solution BP/Blc Étal préparée avec les étalons est le blanc d'échantillon adapté pour cette méthode. Ne pas minéraliser expressément le blanc d'échantillon au micro-ondes, en raison d'un risque de contamination.<sup>[5]</sup> La pipette numérique utilisée pour l'ajout de la solution EI doit être étalonnée au volume d'utilisation pour s'assurer qu'elle distribue un volume de 0,500 ml avec une erreur meilleure que 0,8 % et une fidélité meilleure que 0,2 % RSD.

Sceller les récipients et les placer dans le four à micro-ondes. Exécuter un programme de chauffage équivalent à celui indiqué dans le [Tableau 3](#), adapté à la minéralisation totale de l'échantillon.

Après minéralisation, placer les récipients sous une hotte. Dévisser le bouchon/écrou d'aération lentement pour relâcher la pression progressivement. Puis retirer totalement le bouchon.

Ajouter lentement environ 20 ml d'eau de qualité laboratoire dans le récipient et transférer le contenu dans un flacon d'échantillon de 50 ml. Ajouter 0,5 ml de méthanol (5.1) dans le flacon d'échantillon et diluer à 50 ml environ avec de l'eau de qualité laboratoire. Agiter brièvement. Il n'est pas nécessaire que le volume de transfert ou le volume final soit quantitatif, car les étalons internes ont été ajoutés avant la minéralisation. Les rapports analyte/EI seront donc constants.

**Tableau 3 — Paramètres de fonctionnement du micro-ondes**

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

NOTE Les étapes 1 et 2 sont réalisées successivement, sans retirer les récipients du four à micro-ondes.

## 9 Détermination

En utilisant les solutions d'optimisation appropriées, optimiser la sensibilité de l'instrument en mode de discrimination en énergie cinétique (KED) et/ou réactionnel, selon la conception de l'instrument. Optimiser également l'instrument pour trouver les facteurs d'étalonnage P/A nécessaires pour les courbes d'étalonnage qui s'étendront au-delà d'environ 100 µg/l (dépend du type d'instrument). Le [Tableau 4](#) récapitule les paramètres types de l'instrument d'analyse.

Analyser les solutions d'essai à l'aide d'un instrument ICP-SM normalisé avec les solutions étalons indiquées dans le [Tableau 2](#). Ge est utilisé comme EI pour les 11 éléments, en excluant le Se. Ces 11 éléments sont déterminés en mode de collision He, en employant le KED. Te doit être utilisé comme EI pour les déterminations de Se. Le mode hydrogène est recommandé pour la détermination des faibles concentrations de Se dans les formules infantiles et, en fonction du modèle de l'appareil, il peut ne pas être possible de passer facilement du mode hélium au mode hydrogène. Dans ce cas, suivre les instructions du fabricant de l'appareil pour passer du mode hélium au mode hydrogène et analyser le Se séparément des autres éléments. Il est également possible de vérifier dans des expériences séparées que la limite pratique de quantification (LQP) du Se est inférieure ou égale à 10 ng/g dans l'échantillon lors de l'utilisation d'un autre gaz de collision/réaction. Un laboratoire a effectué l'étude de reproductibilité avec succès en utilisant de l'hélium, et un autre du gaz ammoniac<sup>[2]</sup>.

Les coefficients de corrélation d'étalonnage type sont de 0,999 5 ou mieux pour tous les analytes, mais l'adéquation est déterminée par les résidus d'étalonnage comme suit. Analyser Étalon 3 ou une autre solution de contrôle qualité appropriée, comme un échantillon toutes les 10 prises d'essai, pour contrôler la dérive et la linéarité de l'instrument. Le résultat doit se situer dans les limites de 4 % de la concentration nominale de l'étalon. Pour de bonnes performances, inclure un blanc de méthode (utilisé comme un échantillon, sa concentration mesurée doit être inférieure à la moitié de l'étalon le plus bas) et des matériaux de référence connus servant d'échantillons de contrôle (taux de récupération dans les limites de contrôle ou certifiées). L'utilisation d'échantillons en double comme cela était exigé dans la première étude expérimentale multi-laboratoires<sup>[2]</sup> est maintenant facultative, car d'une manière générale ils n'amélioraient pas la reproductibilité.<sup>[1]</sup> Le cas échéant, le résultat fourni correspond à la moyenne des résultats obtenus et les critères appropriés basés sur les données seraient une différence de pourcentage relatif dans les 10 % pour le Cr, 7 % pour le Se et 5 % pour tous les autres éléments. Si l'un de ces contrôles qualité échoue, il convient de considérer les résultats comme non valides.

Il convient que l'ordre d'analyse soit le suivant: étalons, solution de rinçage, contrôle du blanc, étalon de contrôle, échantillon de contrôle, échantillon, échantillon en double (le cas échéant) et répétition d'un étalon de contrôle.

**Tableau 4 — Paramètres ICP-SM typiques de l'Agilent 7700xa<sup>3)</sup>**

Puissance radiofréquence (RF), W	1 600
Correction RF, V	1,8
Profondeur d'échantillonnage, mm	9
Extraction d'une lentille, V	0
Gaz vecteur, l/min	0,9
Gaz d'appoint, l/min	0,2
Nébulisateur (concentrique en verre)	MicroMist
Température de la chambre de nébulisation, °C	2
Cônes d'interface	Ni
Débit du gaz de cellule He, ml/min	4,5
Débit du gaz de cellule H <sub>2</sub> , ml/min	4,2
Débit de la pompe de nébulisation, rps	0,1 (0,5 ml/min)
Tubulure de la pompe péristaltique	Blanc/blanc, diamètre interne (d.i.) 1,02 mm
Tubulure de vidange	Bleu/jaune, d.i. 1,52 mm

<sup>a</sup> Les isotopes utilisés pour l'analyse sont: <sup>23</sup>Na, <sup>24</sup>Mg, <sup>31</sup>P, <sup>39</sup>K, <sup>44</sup>Ca, <sup>52</sup>Cr, <sup>55</sup>Mn, <sup>56</sup>Fe, <sup>63</sup>Cu, <sup>66</sup>Zn, <sup>78</sup>Se et <sup>95</sup>Mo, avec <sup>72</sup>Ge et <sup>130</sup>Te comme étalons internes.

## 10 Calculs

Calculer les concentrations d'échantillon automatiquement à l'aide du logiciel en utilisant une analyse d'étalonnage par régression linéaire selon la méthode des moindres carrés non pondérée pour produire une ligne de régression, en utilisant la [Formule \(1\)](#):

$$y = a \times x + \text{blanc} \quad (1)$$

Il est à noter que le blanc échantillon est identique à l'Étalon pour cette méthode et est essentiellement de zéro, car des réactifs de haute pureté sont utilisés.

3) Agilent 7700x est un exemple de produit approprié disponible dans le commerce. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs du présent document et ne signifie nullement que l'ISO ou la FIL approuve ou recommande l'emploi exclusif du produit ainsi désigné.