

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*



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

© ISO et FIL 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).

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](#).

Tableau 2 — Programme de minéralisation pour le système de minéralisation assistée par micro-ondes

Étape	Puissance de départ W	Temps min	Température finale °C	Système de refroidissement
1	1 800 max.	20	180 à 200	Faible
2	1 800 max.	35	180 à 200	Faible
3	0	15	< 50	Fort

NOTE Les paramètres, tels que le type et le volume de réactifs à ajouter, la puissance du micro-ondes et le temps de minéralisation, peuvent être modifiés selon le type et la taille de l'échantillon d'essai à analyser.

9.3 Détermination

9.3.1 Préparation de la solution d'essai

9.3.1.1 Minéralisation par voie humide avec étalon interne

Refroidir la solution minéralisée (9.2.1.2) à température ambiante tout en réduisant la pression atmosphérique.

Ajouter 0,5 ml de H₂O₂ (5.7) à tous les tubes sauf les blancs, afin de neutraliser la vapeur nitrique. Transférer le contenu du tube quantitativement dans un tube pour échantillonneur. Compléter à 25 ml avec de l'eau. Mélanger soigneusement. Si nécessaire, continuer avec le mode opératoire de dilution indiqué en 9.3.1.2.

9.3.1.2 Dilution

En fonction du type d'échantillon d'essai et de l'élément mesuré, diluer (facteur de dilution f_1) la solution d'essai (9.3.1.1) en utilisant la micropipette (6.4) dans les fioles jaugées à un trait prévues à cet effet (6.2).

NOTE La concentration d'acide nitrique dans la solution d'essai après dilution est généralement celle de la solution d'acide nitrique (5.3).

9.3.2 Mesurage par ICP-AES

9.3.2.1 Généralités

Établir le processus analytique, la sélectivité, les limites de détection et de quantification, la fidélité, le domaine de travail linéaire et les interférences avant d'utiliser le système d'ICP-AES.

Régler le spectromètre à la longueur d'onde requise en fonction de l'élément (analyte) à déterminer (voir l'Annexe B). Chaque valeur est la moyenne d'au moins trois mesurages individuels de l'échantillon d'essai et des solutions étalons. Calculer la moyenne des valeurs si elles entrent dans une plage acceptée.

NOTE Un tampon d'ionisation peut être utilisé le cas échéant.

9.3.2.2 Étalonnage

Les volumes et concentrations correspondantes sont donnés uniquement à titre indicatif dans le Tableau 3. Sélectionner les deux dans le domaine de travail linéaire de l'instrument utilisé (au moins cinq concentrations, y compris la concentration zéro).

Transférer les volumes des solutions mentionnés dans le Tableau 3 avec une pipette (6.3 ou 6.4) dans respectivement six fioles jaugées de 100 ml (6.2). Compléter jusqu'au trait avec de l'eau et mélanger. Les solutions d'étalonnage obtenues sont indiquées dans le Tableau 3.

La solution d'étalonnage doit avoir la même concentration de HNO₃ que la solution d'essai après dilution (9.3.1.2).

Tableau 3 — Schéma de pipetage des solutions d'étalonnage et concentration de chaque élément

Pipette (ml)						Solution d'élément	Concentration (mg/l)					
Numéro de fiole							Numéro de fiole					
1	2	3	4	5	6		1	2	3	4	5	6
0	1	2	3	4	5	Ca (5.4)	0	100	200	300	400	500
0	1	2	3	4	5	K (5.4)	0	100	200	300	400	500
0	1	2	3	4	5	P (5.4)	0	100	200	300	400	500
0	3	6	9	12	15	Na (5.4)	0	30	60	90	120	150
0	2	4	6	8	10	Mg (5.4)	0	20	40	60	80	100
0	1	2	3	4	5	Fe (5.5.2)	0	4	8	12	16	20
0	0,2	2	3	4	5	Cu (5.5.3)	0	0,1	1	1,5	2	2,5
						Mn (5.5.3)	0	0,1	1	1,5	2	2,5
						Zn (5.5.3)	0	0,4	4	6	8	10
40	40	40	40	40	40	HNO ₃ (5.3)						
0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	Étalon interne (5.6)						

9.3.2.3 Méthode d'étalonnage externe

Aspirer séparément les solutions d'étalonnage (9.3.2.2) dans l'ordre ascendant dans le plasma et mesurer l'émission de l'élément à déterminer. Il convient que les résultats pour le coefficient de corrélation soient meilleurs que 0,999 5.

9.3.2.4 Mesurage de la solution d'essai

Effectuer le mesurage à la longueur d'onde sélectionnée de la solution d'essai (9.3.1) et de l'essai à blanc immédiatement après le mesurage des étalons dans les mêmes conditions. Diluer (facteur de dilution f_2) la solution d'essai si son signal est supérieur à celui de l'étalon le plus haut, avec la concentration zéro. Répéter le mesurage. Afin de vérifier toute dérive durant le mesurage, réaliser au moins un contrôle qualité en poursuivant la vérification de l'étalonnage (QC-CCV, résultat $100 \pm$ dans les 5 % de la valeur nominale) tous les 8 à 10 échantillons pour chaque élément. Avec certains instruments, un étalon interne sera ajouté en ligne pour corriger la dérive.

10 Calcul et expression des résultats

10.1 Calculs

Calculer la teneur en l'élément, w , à l'aide de la [Formule \(1\)](#) ou de la [Formule \(2\)](#):

$$w_1 = \frac{\rho \times V}{m \times 1000} \times f_1 \times f_2 \quad (1)$$

$$w_2 = \frac{\rho \times V}{m} \times f_1 \times f_2 \quad (2)$$

où

- w_1 est la teneur en Ca, K, Mg, P ou Na, en grammes par kilogramme, de l'échantillon d'essai en utilisant la [Formule \(1\)](#);
- w_2 est la teneur en Cu, Fe, Mn ou Zn, en milligrammes par kilogramme, de l'échantillon d'essai en utilisant la [Formule \(2\)](#);
- ρ est la concentration massique d'élément de la solution d'essai ([9.3.1](#)), exprimée en milligrammes par litre, calculée par le logiciel de l'ICP-AES;
- V est le volume, en millilitres, des solutions minéralisées ($V = 25$ ml) transférées quantitativement ([9.3.1](#));
- m est la masse, en grammes, de l'échantillon d'essai utilisé dans le mode opératoire ([9.1.2](#) ou [9.1.3](#));
- f_1 est le facteur de dilution de la solution d'essai appliqué lors de la préparation ([9.3.1.2](#));
- f_2 est le facteur de dilution de la solution d'essai appliqué lors du mesurage ([9.3.2.4](#)).

L'étalon interne sera corrigé en fonction d'une dilution. Les blancs doivent être situés dans les limites de détection. Sinon, corriger les concentrations des solutions d'essai.

10.2 Expression des résultats d'essai

Exprimer les résultats d'essai à trois chiffres significatifs.

11 Fidélité

11.1 Généralités

Les détails de l'essai interlaboratoires relatifs à la fidélité de la méthode sont résumés à l'[Annexe A](#). Les valeurs dérivées de l'essai interlaboratoires sont exprimées pour le niveau de probabilité de 95 % et peuvent ne pas s'appliquer à des plages de concentration et/ou à des matrices différentes de celles données dans l'[Annexe A](#).

11.2 Répétabilité

Les résultats de la méthode devraient avoir un coefficient de variation de répétabilité, $C_{V,r}$, inférieur ou égal à 5 % tel que prescrit dans les exigences de performances de la méthode normalisée (SMPR). Se reporter au [Tableau A.1](#) pour connaître la répétabilité et à l'[Annexe A](#) pour obtenir les performances détaillées, respectivement, du calcium, du cuivre, du fer, du magnésium, du manganèse, du phosphore, du potassium, du sodium et du zinc.

11.3 Reproductibilité

Les résultats de la méthode devraient avoir un coefficient de variation de reproductibilité, $C_{V,R}$, inférieur ou égal à 10 % tel que prescrit dans les SMPR (≤ 16 % pour Mn et Cu). Se reporter au [Tableau A.1](#) pour connaître la reproductibilité et à l'[Annexe A](#) pour obtenir les performances détaillées, respectivement, du calcium, du cuivre, du fer, du magnésium, du manganèse, du phosphore, du potassium, du sodium et du zinc.

12 Rapport d'essai

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

- a) toute information nécessaire à l'identification de l'échantillon (type d'échantillon, origine et désignation de l'échantillon);
- b) une référence au présent document, c'est-à-dire l'ISO 15151 | FIL 229;
- c) la date et le type de mode opératoire d'échantillonnage (s'il est connu);
- d) la date de réception;
- e) la date d'essai;
- f) les résultats de l'essai et les unités dans lesquelles ils sont exprimés;
- g) toute opération non spécifiée dans la méthode ou considérée comme facultative, susceptible d'avoir eu un impact sur le ou les résultats de l'essai.

Annexe A (informative)

Données de fidélité

Les données fournies dans les [Tableaux A.1 à A.18](#) ont été obtenues lors d'une étude interlaboratoires internationale organisée en 2016 menée conformément à l'ISO 5725-2[2] et au protocole harmonisé de l'AOAC-IUPAC pour les études comparatives interlaboratoires, afin d'accéder aux caractéristiques de fidélité d'une méthode d'analyse.[3] L'étude a été conduite sur la base des exigences données dans la Référence [4].

Tableau A.1 — Données de fidélité pour le calcium dans le lait et les produits laitiers

Échantillon	1 ^a	2 ^b	3 ^c	4 ^d	5 ^e	6 ^f	7 ^g
Année de l'essai interlaboratoires	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016
Nombre de laboratoires	14	13	13	13	13	13	13
Nombre de laboratoires non conformes	2	2	2	2	2	2	2
Nombre de valeurs aberrantes (laboratoires)	0	0	1	2	0	4	0
Nombre de laboratoires après élimination des valeurs aberrantes	12	11	10	9	11	7	11
Nombre de résultats acceptés	24	22	20	18	22	14	20
Valeur moyenne, mg/100 g	530	116	105	709	689	19,8	494
Écart-type de répétabilité, s_r , mg/100 g	12,7	2,89	3,45	10,3	33,5	0,42	8,37
Écart-type de reproductibilité, s_R , mg/100 g	24,7	6,77	8,61	23,7	37,8	1,62	19,2
Coefficient de variation de la répétabilité, $C_{V,r}$, %	2,40	2,48	3,28	1,45	4,86	2,1	1,69
Coefficient de variation de la reproductibilité, $C_{V,R}$, %	4,65	5,82	8,19	3,3	5,49	8,2	3,88
Valeur HorRat	1,06	1,05	1,46	0,79	1,30	1,14	0,87

^a SRM 1849a, ^b Lait entier, ^c Lait entier en poudre, ^d Lactosérum en poudre, ^e Concentré de protéines de lactosérum, ^f Beurre, ^g Fromage.

NOTE 1 Les résultats de SRM 1849a, lait entier, lactosérum en poudre, concentré de protéines de lactosérum, beurre et fromage sont exprimés en mg/100 g «tels quels». Les résultats de lait entier en poudre sont exprimés en mg/100 g de produit final reconstitué.

NOTE 2 SRM 1849a est l'appellation commerciale d'un produit fourni par le NIST. Ces informations sont fournies à titre indicatif aux utilisateurs du présent document et ne sauraient constituer une quelconque forme de recommandation du produit cité par l'ISO ou la FIL. Des produits équivalents peuvent être utilisés dès lors qu'il peut être prouvé qu'ils offrent les mêmes résultats.

Tableau A.2 — Données de fidélité pour le cuivre dans le lait et les produits laitiers

Échantillon	1 ^a	2 ^b	3 ^c	4 ^d	5 ^e	6 ^f	7 ^g
Année de l'essai interlaboratoires	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016
Nombre de laboratoires	14	13	13	13	13	13	13
Nombre de laboratoires non conformes	2	4	3	4	2	7	3
Nombre de valeurs aberrantes (laboratoires)	0	2	0	0	0	0	1
Nombre de laboratoires après élimination des valeurs aberrantes	12	7	10	9	11	6	9
Nombre de résultats acceptés	24	14	20	18	22	12	18
Valeur moyenne, mg/100 g	1,95	0,007	0,006	0,049	0,122	0,023	0,054
Écart-type de répétabilité, s_r , mg/100 g	0,053	0,000	0,001	0,004	0,008	—	0,004
Écart-type de reproductibilité, s_R , mg/100 g	0,099	0,005	0,004	0,024	0,025	—	0,030
Coefficient de variation de la répétabilité, $C_{V,r}$, %	2,71	4,1	20,7	8,40	6,24	—	7,6
Coefficient de variation de la reproductibilité, $C_{V,R}$, %	5,09	78,2	71,3	48,5	20,7	—	56,1
Valeur HorRat	0,50	3,27	2,91	2,72	1,33	—	3,20

^a SRM 1849a, ^b Lait entier, ^c Lait entier en poudre, ^d Lactosérum en poudre, ^e Concentré de protéines de lactosérum, ^f Beurre, ^g Fromage.

NOTE Les résultats de SRM 1849a, lait entier, lactosérum en poudre, concentré de protéines de lactosérum, beurre et fromage sont exprimés en mg/100 g «tels quels». Les résultats de lait entier en poudre sont exprimés en mg/100 g de produit final reconstitué.

Tableau A.3 — Données de fidélité pour le fer dans le lait et les produits laitiers

Échantillon	1 ^a	2 ^b	3 ^c	4 ^d	5 ^e	6 ^f	7 ^g
Année de l'essai interlaboratoires	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016
Nombre de laboratoires	14	13	13	13	13	13	13
Nombre de laboratoires non conformes	2	6	6	4	4	8	5
Nombre de valeurs aberrantes (laboratoires)	0	2	0	0	2	1	3
Nombre de laboratoires après élimination des valeurs aberrantes	12	5	7	9	7	4	5
Nombre de résultats acceptés	24	10	14	18	14	8	10
Valeur moyenne, mg/100 g	17,4	0,016	0,033	0,338	0,662	0,030	0,174
Écart-type de répétabilité, s_r , mg/100 g	0,23	0,00	0,01	0,13	0,021	—	0,02
Écart-type de reproductibilité, s_R , mg/100 g	0,75	0,01	0,02	0,20	0,11	—	0,03

^a SRM 1849a, ^b Lait entier, ^c Lait entier en poudre, ^d Lactosérum en poudre, ^e Concentré de protéines de lactosérum, ^f Beurre, ^g Fromage.

NOTE Les résultats de SRM 1849a, lait entier, lactosérum en poudre, concentré de protéines de lactosérum, beurre et fromage sont exprimés en mg/100 g «tels quels». Les résultats de lait entier en poudre sont exprimés en mg/100 g de produit final reconstitué.

Tableau A.3 (suite)

Échantillon	1 ^a	2 ^b	3 ^c	4 ^d	5 ^e	6 ^f	7 ^g
Coefficient de variation de la répétabilité, $C_{V,r}$, %	1,30	16	21	37,0	3,13	—	10
Coefficient de variation de la reproductibilité, $C_{V,R}$, %	4,34	35	49	59	16,3	—	20
Valeur HorRat	0,59	1,69	2,58	4,40	1,35	—	1,34

^a SRM 1849a, ^b Lait entier, ^c Lait entier en poudre, ^d Lactosérum en poudre, ^e Concentré de protéines de lactosérum, ^f Beurre, ^g Fromage.

NOTE Les résultats de SRM 1849a, lait entier, lactosérum en poudre, concentré de protéines de lactosérum, beurre et fromage sont exprimés en mg/100 g «tels quels». Les résultats de lait entier en poudre sont exprimés en mg/100 g de produit final reconstitué.

Tableau A.4 — Données de fidélité pour le potassium dans le lait et les produits laitiers

Échantillon	1 ^a	2 ^b	3 ^c	4 ^d	5 ^e	6 ^f	7 ^g
Année de l'essai interlaboratoires	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016
Nombre de laboratoires	14	13	13	13	13	13	13
Nombre de laboratoires non conformes	2	2	2	2	2	2	3
Nombre de valeurs aberrantes (laboratoires)	0	0	0	0	0	1	0
Nombre de laboratoires après élimination des valeurs aberrantes	12	11	11	11	11	10	10
Nombre de résultats acceptés	24	22	22	22	22	20	20
Valeur moyenne, mg/100 g	932	157	130	1 868	788	40,7	98,7
Écart-type de répétabilité, s_r , mg/100 g	36,9	3,64	1,63	23,5	10,6	2,9	1,59
Écart-type de reproductibilité, s_R , mg/100 g	42,1	10,2	9,73	287	57,6	8,8	7,5
Coefficient de variation de la répétabilité, $C_{V,r}$, %	3,96	2,32	1,25	1,26	1,34	7,2	1,61
Coefficient de variation de la reproductibilité, $C_{V,R}$, %	4,52	6,49	7,46	15,4	7,30	21,6	7,6
Valeur HorRat	1,12	1,23	1,37	4,22	1,76	3,34	1,34

^a SRM 1849a, ^b Lait entier, ^c Lait entier en poudre, ^d Lactosérum en poudre, ^e Concentré de protéines de lactosérum, ^f Beurre, ^g Fromage.

NOTE Les résultats de SRM 1849a, lait entier, lactosérum en poudre, concentré de protéines de lactosérum, beurre et fromage sont exprimés en mg/100 g «tels quels». Les résultats de lait entier en poudre sont exprimés en mg/100 g de produit final reconstitué.

Tableau A.5 — Données de fidélité pour le magnésium dans le lait et les produits laitiers

Échantillon	1 ^a	2 ^b	3 ^c	4 ^d	5 ^e	6 ^f	7 ^g
Année de l'essai interlaboratoires	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016
Nombre de laboratoires	14	13	13	13	13	13	13
Nombre de laboratoires non conformes	2	2	2	2	2	4	3

^a SRM 1849a, ^b Lait entier, ^c Lait entier en poudre, ^d Lactosérum en poudre, ^e Concentré de protéines de lactosérum, ^f Beurre, ^g Fromage.

NOTE Les résultats de SRM 1849a, lait entier, lactosérum en poudre, concentré de protéines de lactosérum, beurre et fromage sont exprimés en mg/100 g «tels quels». Les résultats de lait entier en poudre sont exprimés en mg/100 g de produit final reconstitué.

Tableau A.5 (suite)

Échantillon	1 ^a	2 ^b	3 ^c	4 ^d	5 ^e	6 ^f	7 ^g
Nombre de valeurs aberrantes (laboratoires)	0	0	0	2	0	0	1
Nombre de laboratoires après élimination des valeurs aberrantes	12	11	11	9	11	9	9
Nombre de résultats acceptés	24	22	22	18	22	18	18
Valeur moyenne, mg/100 g	163	10,2	9,24	202	73,4	1,94	19,9
Écart-type de répétabilité, s_r , mg/100 g	2,95	0,3	0,352	3,13	0,815	0,164	0,511
Écart-type de reproductibilité, s_R , mg/100 g	5,68	0,9	0,873	9,1	3,61	0,537	1,72
Coefficient de variation de la répétabilité, $C_{V,r}$, %	1,81	2	3,81	1,55	1,11	8,5	2,57
Coefficient de variation de la reproductibilité, $C_{V,R}$, %	3,48	9	9,44	4,5	4,92	27,7	8,7
Valeur HorRat	0,66	1,08	1,17	0,88	0,83	2,71	1,20

^a SRM 1849a, ^b Lait entier, ^c Lait entier en poudre, ^d Lactosérum en poudre, ^e Concentré de protéines de lactosérum, ^f Beurre, ^g Fromage.

NOTE Les résultats de SRM 1849a, lait entier, lactosérum en poudre, concentré de protéines de lactosérum, beurre et fromage sont exprimés en mg/100 g «tels quels». Les résultats de lait entier en poudre sont exprimés en mg/100 g de produit final reconstitué.

Tableau A.6 — Données de fidélité pour le manganèse dans le lait et les produits laitiers

Échantillon	1 ^a	2 ^b	3 ^c	4 ^d	5 ^e	6 ^f	7 ^g
Année de l'essai interlaboratoires	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016
Nombre de laboratoires	14	13	13	13	13	13	13
Nombre de laboratoires non conformes	2	4	4	5	5	8	5
Nombre de valeurs aberrantes (laboratoires)	0	3	2	1	2	2	1
Nombre de laboratoires après élimination des valeurs aberrantes	12	6	7	7	6	3	7
Nombre de résultats acceptés	24	12	14	14	12	6	14
Valeur moyenne, mg/100 g	4,89	0,002	0,002	0,009	0,009	0,001 0	0,013
Écart-type de répétabilité, s_r , mg/100 g	0,088	—	0,000	0,004	—	—	0,002
Écart-type de reproductibilité, s_R , mg/100 g	0,221	—	0,001	0,005	—	—	0,005
Coefficient de variation de la répétabilité, $C_{V,r}$, %	1,81	—	3,3	38	—	—	11,531
Coefficient de variation de la reproductibilité, $C_{V,R}$, %	4,51	—	42,5	50	—	—	39,447
Valeur HorRat	0,51	—	1,49	2,20	—	—	1,824

^a SRM 1849a, ^b Lait entier, ^c Lait entier en poudre, ^d Lactosérum en poudre, ^e Concentré de protéines de lactosérum, ^f Beurre, ^g Fromage.

NOTE Les résultats de SRM 1849a, lait entier, lactosérum en poudre, concentré de protéines de lactosérum, beurre et fromage sont exprimés en mg/100 g «tels quels». Les résultats de lait entier en poudre sont exprimés en mg/100 g de produit final reconstitué.

Tableau A.7 — Données de fidélité pour le sodium dans le lait et les produits laitiers

Échantillon	1 ^a	2 ^b	3 ^c	4 ^d	5 ^e	6 ^f	7 ^g
Année de l'essai interlaboratoires	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016
Nombre de laboratoires	14	13	13	13	13	13	13
Nombre de laboratoires non conformes	2	2	2	2	2	2	3
Nombre de valeurs aberrantes (laboratoires)	0	0	0	2	0	1	0
Nombre de laboratoires après élimination des valeurs aberrantes	12	11	11	9	11	10	10
Nombre de résultats acceptés	22	22	22	18	22	20	20
Valeur moyenne, mg/100 g	427	36,7	33,5	933	261	243	972
Écart-type de répétabilité, s_r , mg/100 g	7,6	0,93	0,575	42,3	5,50	7,7	14,1
Écart-type de reproductibilité, s_R , mg/100 g	10,9	1,99	2,42	54	13,2	14,1	83,4
Coefficient de variation de la répétabilité, $C_{V,r}$, %	1,78	2,54	1,72	4,54	2,11	3,2	1,46
Coefficient de variation de la reproductibilité, $C_{V,R}$, %	2,54	5,43	7,24	5,7	5,04	5,8	8,59
Valeur HorRat	0,56	0,83	1,09	1,42	1,03	1,17	2,14
^a SRM 1849a, ^b Lait entier, ^c Lait entier en poudre, ^d Lactosérum en poudre, ^e Concentré de protéines de lactosérum, ^f Beurre, ^g Fromage. NOTE Les résultats de SRM 1849a, lait entier, lactosérum en poudre, concentré de protéines de lactosérum, beurre et fromage sont exprimés en mg/100 g «tels quels». Les résultats de lait entier en poudre sont exprimés en mg/100 g de produit final reconstitué.							

Tableau A.8 — Données de fidélité pour le phosphore dans le lait et les produits laitiers

Échantillon	1 ^a	2 ^b	3 ^c	4 ^d	5 ^e	6 ^f	7 ^g
Année de l'essai interlaboratoires	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016
Nombre de laboratoires	13	12	12	12	12	12	12
Nombre de laboratoires non conformes	2	2	2	2	2	2	3
Nombre de valeurs aberrantes (laboratoires)	0	0	1	2	0	1	0
Nombre de laboratoires après élimination des valeurs aberrantes	11	10	9	8	10	9	9
Nombre de résultats acceptés	22	20	18	16	20	18	18
Valeur moyenne, mg/100 g	401	94,6	85,8	991	501	25,4	827
Écart-type de répétabilité, s_r , mg/100 g	11,8	2,82	2,33	12,9	9,01	0,92	16,5
Écart-type de reproductibilité, s_R , mg/100 g	18,5	3,89	5,38	56	20,9	2,56	59,0
Coefficient de variation de la répétabilité, $C_{V,r}$, %	2,94	2,98	2,72	1,30	1,80	3,63	1,99
Coefficient de variation de la reproductibilité, $C_{V,R}$, %	4,62	4,11	6,27	5,7	4,17	10,1	7,13
Valeur HorRat	1,01	0,72	1,08	1,42	0,94	1,45	1,73
^a SRM 1849a, ^b Lait entier, ^c Lait entier en poudre, ^d Lactosérum en poudre, ^e Concentré de protéines de lactosérum, ^f Beurre, ^g Fromage. NOTE Les résultats de SRM 1849a, lait entier, lactosérum en poudre, concentré de protéines de lactosérum, beurre et fromage sont exprimés en mg/100 g «tels quels». Les résultats de lait entier en poudre sont exprimés en mg/100 g de produit final reconstitué.							

Tableau A.9 — Données de fidélité pour le zinc dans le lait et les produits laitiers

Échantillon	1 ^a	2 ^b	3 ^c	4 ^d	5 ^e	6 ^f	7 ^g
Année de l'essai interlaboratoires	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016
Nombre de laboratoires	14	13	13	13	13	13	13
Nombre de laboratoires non conformes	2	2	2	2	2	5	3
Nombre de valeurs aberrantes (laboratoires)	0	2	1	2	2	2	1
Nombre de laboratoires après élimination des valeurs aberrantes	12	9	10	9	9	6	9
Nombre de résultats acceptés	24	20	20	18	18	12	18
Valeur moyenne, mg/100 g	15,2	0,375	0,357	0,127	0,788	0,066	2,4
Écart-type de répétabilité, s_r , mg/100 g	0,559	0,013	0,011	0,008	0,021	—	0,1
Écart-type de reproductibilité, s_R , mg/100 g	0,80	0,020	0,029	0,086	0,089	—	0,1
Coefficient de variation de la répétabilité, $C_{V,r}$, %	3,69	3,57	3,04	6,1	2,63	—	2,4
Coefficient de variation de la reproductibilité, $C_{V,R}$, %	5,26	5,27	8,17	67,2	11,3	—	4,8
Valeur HorRat	0,70	0,40	0,62	4,36	0,96	—	0,48
<p>^a SRM 1849a, ^b Lait entier, ^c Lait entier en poudre, ^d Lactosérum en poudre, ^e Concentré de protéines de lactosérum, ^f Beurre, ^g Fromage.</p> <p>NOTE Les résultats de SRM 1849a, lait entier, lactosérum en poudre, concentré de protéines de lactosérum, beurre et fromage sont exprimés en mg/100 g «tels quels». Les résultats de lait entier en poudre sont exprimés en mg/100 g de produit final reconstitué.</p>							

Tableau A.10 — Données de fidélité pour le calcium dans les formules infantiles et les produits nutritionnels pour adultes

Échantillon	1 ^a	2 ^b	3 ^c	4 ^d	5 ^e	6 ^f	7 ^g	8 ^h	9 ⁱ	10 ^j	11 ^k	12 ^l	13 ^m	14 ⁿ	15 ^o	16 ^p	17 ^q	18 ^r	19 ^s	
Année de l'essai interlaboratoires	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016
Nombre de laboratoires	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	13	14	14	14	14	14	14	14	14
Nombre de laboratoires non conformes	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2
Nombre de valeurs aberrantes (laboratoires)	0	0	1	0	0	0	0	0	1	1	0	1	1	0	0	0	0	0	0	0
Nombre de laboratoires après élimination des valeurs aberrantes	12	12	11	12	12	12	12	12	11	11	12	10	11	12	12	12	12	12	12	12
Nombre de résultats acceptés	24	24	22	24	24	24	24	24	22	22	24	20	22	24	24	24	24	24	24	24
Valeur moyenne, mg/100 g	530	34,6	55,5	14,5	99	7,44	34,4	49,5	38,2	68,9	63,2	45,7	69,5	36,7	58,0	74,4	48,9	30,3	65,9	65,9
Écart-type de répétabilité, s_r , mg/100 g	12,7	1,48	5,1	0,3	7,2	0,167	0,91	2,33	0,98	2,7	1,34	0,4	2,22	0,774	2,18	2,84	4,14	0,63	1,57	1,57
Écart-type de reproductibilité, s_R , mg/100 g	24,7	2,49	15,4	0,8	10,2	1,102	2,57	5,27	2,93	6,5	5,18	3,8	5,52	2,72	4,59	5,81	6,32	1,08	4,73	4,73
Coefficient de variation de la répétabilité, C_{Vr} , %	2,40	4,29	9,3	2,2	7,3	2,25	2,64	4,70	2,56	3,9	2,13	0,9	3,20	2,11	3,76	3,81	8,46	2,08	2,38	2,38
Coefficient de variation de la reproductibilité, C_{VR} , %	4,65	7,20	27,8	5,3	10,3	14,8	7,47	10,6	7,7	9,5	8,20	8,4	7,9	7,42	7,92	7,8	12,9	3,56	7,17	7,17
Valeur HorRat	1,06	1,09	4,50	0,70	1,82	1,77	1,12	1,69	1,17	1,58	1,35	1,32	1,33	1,13	1,29	1,32	2,05	0,53	1,19	1,19

^a SRM NIST 1849a, ^b Poudre pour adultes pauvre en matières grasses, ^c Produit RTF pour adultes riche en matières grasses, ^d Placebo de produit RTF pour adultes riche en matières grasses, ^e Produit RTF pour adultes riche en protéines, ^f Placebo de produit RTF pour adultes riche en protéines, ^g Placebo de lait pédiatrique en poudre, ^h Lait pédiatrique en poudre, ⁱ Formule pédiatrique en poudre Illuma, ^j Formule infantile élémentaire en poudre, ^k Placebo de formule infantile élémentaire en poudre, ^l Lait infantile en poudre PH, ^m Formule infantile en poudre à base de soja PH, ⁿ Formule infantile en poudre à base de fructo-oligosaccharides (FOS) et de galacto-oligosaccharides (GOS), ^o Lait infantile en poudre, ^p Formule infantile en poudre à base de soja, ^q Lait infantile RTF, ^r Placebo de formule infantile RTF, ^s Formule en poudre pour enfants en bas âge.

NOTE Les résultats sont exprimés en mg/100 g de produit final reconstitué (liquide «prêt à l'emploi» «tel quel»; poudres reconstituées (25 g dans 200 g d'eau); concentrés liquides dilués selon un rapport 1/1 en masse). Le SRM 1849a est exprimé en mg/100 g de produit.

Tableau A.11 — Données de fidélité pour le cuivre

Échantillon	1 ^a	2 ^b	3 ^c	4 ^d	5 ^e	6 ^f	7 ^g	8 ^h	9 ⁱ	10 ^j	11 ^k	12 ^l	13 ^m	14 ⁿ	15 ^o	16 ^p	17 ^q	18 ^r	19 ^s
Année de l'essai interlaboratoires	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016
Nombre de laboratoires	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14
Nombre de laboratoires non conformes	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	6	3	2	2	2	2	2	2	2
Nombre de valeurs aberrantes (laboratoires)	0	0	0	0	0	0	1	0	0	1	0	1	0	0	1	0	1	2	0
Nombre de laboratoires après élimination des valeurs aberrantes	12	12	12	12	12	12	11	12	12	11	8	10	12	12	11	12	11	10	12
Nombre de résultats acceptés	24	24	24	24	24	24	22	24	24	22	16	20	24	24	22	24	22	20	24
Valeur moyenne, mg/100 g	1,95	0,071	0,239	0,009 1	0,184	0,010 8	0,006 5	0,111	0,046	0,082	0,003 9	0,056	0,063	0,047	0,061	0,068	0,046	0,003 6	0,029
Écart-type de répétabilité, s _r , mg/100 g	0,053	0,002	0,004	0,002	0,006	0,001	0,001	0,005	0,003	0,003	0,001	0,001	0,004	0,002	0,002	0,004	0,001	0,001	0,002
Écart-type de reproductibilité, s _R , mg/100 g	0,099	0,007	0,018	0,004	0,016	0,005	0,002	0,010	0,005	0,007	0,004	0,005	0,006	0,004	0,008	0,006	0,004	0,003	0,003

^a SRM NIST 1849a, ^b Poudre pour adultes pauvre en matières grasses, ^c Produit RTF pour adultes riche en matières grasses, ^d Placebo de produit RTF pour adultes riche en matières grasses, ^e Produit RTF pour adultes riche en protéines, ^f Placebo de produit RTF pour adultes riche en protéines, ^g Placebo de lait pédiatrique en poudre, ^h Lait pédiatrique en poudre, ⁱ Formule pédiatrique en poudre Illuma, ^j Formule infantile élémentaire en poudre, ^k Placebo de formule infantile élémentaire en poudre, ^l Lait infantile en poudre PH, ^m Formule infantile en poudre à base de soja PH, ⁿ Formule infantile en poudre à base de FOS, ^o Lait infantile en poudre, ^p Formule infantile en poudre à base de soja, ^q Lait infantile RTF, ^r Placebo de formule infantile RTF, ^s Formule en poudre pour enfants en bas âge.

NOTE Les résultats sont exprimés en mg/100 g de produit final reconstitué (liquide «prêt à l'emploi» «tel quel»; poudres reconstituées (25 g dans 200 g d'eau); concentrés liquides dilués selon un rapport 1/1 en masse). Le SRM 1849a est exprimé en mg/100 g de produit.

Tableau A.11 (suite)

Échantillon	1 ^a	2 ^b	3 ^c	4 ^d	5 ^e	6 ^f	7 ^g	8 ^h	9 ⁱ	10 ^j	11 ^k	12 ^l	13 ^m	14 ⁿ	15 ^o	16 ^p	17 ^q	18 ^r	19 ^s
Coefficient de variation de la répétabilité, $C_{V,r}$, %	2,71	2,57	1,82	20	3,37	6	10,37	4,21	7,52	3,84	25,9	1,73	5,82	4,07	2,71	5,16	2,34	32,9	5,25
Coefficient de variation de la reproductibilité, $C_{V,R}$, %	5,09	9,97	7,51	39	8,7	50	27,4	9,0	10,1	8,2	95	8,1	9,1	9,18	12,30	8,12	9,1	71	11,3
Valeur HorRat	0,50	0,59	0,54	1,71	0,60	2,23	1,13	0,57	0,56	0,49	3,66	0,47	0,53	0,51	0,71	0,48	0,51	2,68	0,59

a SRM NIST 1849a, b Poudre pour adultes pauvre en matières grasses, c Produit RTF pour adultes riche en matières grasses, d Placebo de produit RTF pour adultes riche en matières grasses, e Produit RTF pour adultes riche en protéines, f Placebo de produit RTF pour adultes riche en protéines, g Placebo de lait pédiatrique en poudre, h Lait pédiatrique en poudre, i Formule pédiatrique en poudre Illuma, j Formule infantile élémentaire en poudre, k Placebo de formule infantile élémentaire en poudre, l Lait infantile en poudre PH, m Formule infantile en poudre à base de soja PH, n Formule infantile en poudre à base de FOS et de GOS, o Lait infantile en poudre, p Formule infantile en poudre à base de soja, q Lait infantile RTF, r Placebo de formule infantile RTF, s Formule en poudre pour enfants en bas âge.

NOTE Les résultats sont exprimés en mg/100 g de produit final reconstitué (liquide «prêt à l'emploi» «tel quel»; poudres reconstituées (25 g dans 200 g d'eau); concentrés liquides dilués selon un rapport 1/1 en masse). Le SRM 1849a est exprimé en mg/100 g de produit.

Tableau A.12 — Données de fidélité pour le fer

Échantillon	1 ^a	2 ^b	3 ^c	4 ^d	5 ^e	6 ^f	7 ^g	8 ^h	9 ⁱ	10 ^j	11 ^k	12 ^l	13 ^m	14 ⁿ	15 ^o	16 ^p	17 ^q	18 ^r	19 ^s	
Année de l'essai interlaboratoires	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016
Nombre de laboratoires	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14
Nombre de laboratoires non conformes	2	2	2	2	2	2	5	2	2	2	6	3	2	2	2	2	2	6	2	2
Nombre de valeurs aberrantes (laboratoires)	0	1	0	1	0	2	3	1	1	2	2	1	1	0	1	1	0	3	1	1
Nombre de laboratoires après élimination des valeurs aberrantes	12	11	12	11	12	10	6	11	11	10	6	10	11	12	11	11	12	5	11	11
Nombre de résultats acceptés	24	22	24	22	24	20	12	22	22	20	12	20	22	24	22	22	24	10	22	22
Valeur moyenne, mg/100 g	17,4	0,615	2,43	0,454	2,05	0,489	0,044	1,17	0,724	1,132	0,028	1,008	1,23	0,543	1,24	1,26	1,35	0,018	0,808	0,808
Écart-type de répétabilité, s_r , mg/100 g	0,227	0,015	0,190	0,074	0,126	0,040	0,001	0,048	0,026	0,053	0,001	0,015	0,035	0,014	0,042	0,048	0,027	0,002	0,019	0,019
Écart-type de reproductibilité, s_R , mg/100 g	0,755	0,058	0,312	0,141	0,169	0,075	0,006	0,093	0,104	0,066	0,003	0,101	0,081	0,082	0,084	0,081	0,107	0,003	0,096	0,096
Coefficient de variation de la répétabilité, $C_{V,r}$, %	1,30	2,41	7,81	16,2	6,14	8,2	3,3	4,11	3,61	4,7	2,8	1,45	2,88	2,58	3,42	3,81	2,0	12,3	2,38	2,38
Coefficient de variation de la reproductibilité, $C_{V,R}$, %	4,34	9,44	12,8	31	8,26	15	15	8,0	14,3	5,8	12	9,97	6,6	15,0	6,81	6,48	7,9	17	11,9	11,9
Valeur HorRat	0,59	0,78	1,30	2,44	0,81	1,22	0,81	0,72	1,21	0,52	0,608	0,88	0,60	1,21	0,62	0,59	0,73	0,82	1,02	1,02

a SRM NIST 1849a, b Poudre pour adultes pauvre en matières grasses, c Produit RTF pour adultes riche en matières grasses, d Placebo de produit RTF pour adultes riche en matières grasses, e Produit RTF pour adultes riche en protéines, f Placebo de produit RTF pour adultes riche en protéines, g Placebo de lait pédiatrique en poudre, h Lait pédiatrique en poudre, i Formule pédiatrique en poudre Illuma, j Formule infantile élémentaire en poudre, k Placebo de formule infantile élémentaire en poudre, l Lait infantile en poudre PH, m Formule infantile en poudre à base de soja PH, n Formule infantile en poudre à base de FOS et de GOS, o Lait infantile en poudre, p Formule infantile en poudre à base de soja, q Lait infantile RTF, r Placebo de formule infantile RTF, s Formule en poudre pour enfants en bas âge.

NOTE Les résultats sont exprimés en mg/100 g de produit final reconstitué (liquide «prêt à l'emploi» «tel quel»; poudres reconstituées (25 g dans 200 g d'eau); concentrés liquides dilués selon un rapport 1/1 en masse). Le SRM 1849a est exprimé en mg/100 g de produit.

Tableau A.13 — Données de fidélité pour le potassium

Échantillon	1 ^a	2 ^b	3 ^c	4 ^d	5 ^e	6 ^f	7 ^g	8 ^h	9 ⁱ	10 ^j	11 ^k	12 ^l	13 ^m	14 ⁿ	15 ^o	16 ^p	17 ^q	18 ^r	19 ^s
Année de l'essai interlaboratoires	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016
Nombre de laboratoires	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14
Nombre de laboratoires non conformes	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	3	2	2	2	2	2	2	2
Nombre de valeurs aberrantes (laboratoires)	0	0	0	0	0	0	1	0	0	2	0	1	0	0	0	0	0	0	0
Nombre de laboratoires après élimination des valeurs aberrantes	12	12	12	12	12	12	11	12	12	10	12	10	12	12	12	12	12	12	12
Nombre de résultats acceptés	24	24	24	24	24	24	22	24	24	20	24	20	24	24	24	24	24	24	24
Valeur moyenne, mg/100 g	932	44,0	222	177	150	98	7,64	69,7	55,1	84,9	86,4	67,5	78,3	48,3	76,1	82,7	81,4	61,4	136
Écart-type de répétabilité, s_R , mg/100 g	36,9	0,73	4,97	4	2,91	1,60	0,329	3,59	1,53	1,3	1,82	0,9	2,04	0,783	2,66	2,46	0,859	2,56	2,41
Écart-type de reproductibilité, $s_{R,R}$, mg/100 g	42,1	2,60	9,3	8	5,27	4,47	0,82	6,06	3,49	4,73	7,20	4,5	4,26	2,79	5,09	5,38	4,59	2,70	9,2
Coefficient de variation de la répétabilité, $C_{V,R}$, %	3,96	1,65	2,24	2,2	1,93	1,62	4,31	5,16	2,79	1,5	2,10	1,3	2,61	1,62	3,50	2,98	1,055	4,18	1,77
Coefficient de variation de la reproductibilité, $C_{V,R,R}$, %	4,52	5,90	4,18	4,6	3,50	4,54	10,7	8,7	6,33	5,6	8,33	6,6	5,44	5,78	6,7	6,5	5,63	4,39	6,7
Valeur HorRat	1,12	0,92	0,83	0,89	0,66	0,80	1,28	1,46	1,02	0,96	1,44	1,11	0,93	0,92	1,14	1,12	0,97	0,72	1,25

a SRM NIST 1849a, b Poudre pour adultes pauvre en matières grasses, c Produit RTF pour adultes riche en matières grasses, d Placebo de produit RTF pour adultes riche en matières grasses, e Produit RTF pour adultes riche en protéines, f Placebo de produit RTF pour adultes riche en protéines, g Placebo de lait pédiatrique en poudre, h Lait pédiatrique en poudre, i Formule pédiatrique en poudre Illuma, j Formule infantile élémentaire en poudre, k Placebo de formule infantile élémentaire en poudre, l Lait infantile en poudre PH, m Formule infantile en poudre à base de soja PH, n Formule infantile en poudre à base de FOS et de GOS, o Lait infantile en poudre, p Formule infantile en poudre à base de soja, q Lait infantile RTF, r Placebo de formule infantile RTF, s Formule en poudre pour enfants en bas âge.

NOTE Les résultats sont exprimés en mg/100 g de produit final reconstitué (liquide «prêt à l'emploi» «tel quel»; poudres reconstituées (25 g dans 200 g d'eau); concentrés liquides dilués selon un rapport 1/1 en masse). Le SRM 1849a est exprimé en mg/100 g de produit.

Tableau A.14 — Données de fidélité pour le magnésium

Échantillon	1a	2b	3c	4d	5e	6f	7g	8h	9i	10j	11k	12l	13m	14n	15°	16p	17q	18r	19s
Année de l'essai interlaboratoires	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016
Nombre de laboratoires	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14
Nombre de laboratoires non conformes	2	2	2	2	2	3	2	2	2	2	2	4	2	2	2	2	2	2	2
Nombre de valeurs aberrantes (laboratoires)	0	0	0	1	0	2	1	0	2	1	2	2	1	2	2	0	1	2	0
Nombre de laboratoires après élimination des valeurs aberrantes	12	12	12	11	12	9	11	12	10	11	10	8	11	10	10	12	11	10	12
Nombre de résultats acceptés	24	24	24	22	24	18	22	24	20	22	20	16	22	20	20	24	22	20	24
Valeur moyenne, mg/100 g	163	13,1	39,5	1,97	32,8	1,68	1,86	9,34	5,37	5,13	5,07	4,30	6,54	4,54	5,01	8,07	6,25	3,33	5,96
Écart-type de répétabilité, s_r , mg/100 g	2,95	0,218	0,515	0,05	0,67	0,019	0,033	0,347	0,107	0,19	0,080	0,052	0,087	0,105	0,115	0,240	0,177	0,062	0,064
Écart-type de reproductibilité, s_R , mg/100 g	5,68	1,001	1,80	0,33	1,40	0,141	0,247	0,875	0,283	0,623	0,264	0,221	0,651	0,263	0,277	0,732	0,453	0,249	0,580
Coefficient de variation de la répétabilité, $C_{V,r}$, %	1,81	1,67	1,30	2,8	2,03	1,1	1,75	3,72	1,99	3,6	1,58	1,20	1,34	2,32	2,30	2,98	2,84	1,86	1,07
Coefficient de variation de la reproductibilité, $C_{V,R}$, %	3,48	7,65	4,56	16,9	4,26	8,4	13,29	9,37	5,27	12,1	5,22	5,14	9,95	5,80	5,54	9,07	7,24	7,5	9,74
Valeur HorRat	0,66	1,00	0,70	1,66	0,64	0,80	1,29	1,16	0,60	1,37	0,59	0,57	1,17	0,64	0,62	1,10	0,84	0,79	1,13

a SRM NIST 1849a, b Poudre pour adultes pauvre en matières grasses, c Produit RTF pour adultes riche en matières grasses, d Placebo de produit RTF pour adultes riche en matières grasses, e Produit RTF pour adultes riche en protéines, f Placebo de produit RTF pour adultes riche en protéines, g Placebo de lait pédiatrique en poudre, h Lait pédiatrique en poudre, i Formule pédiatrique en poudre illumina, j Formule infantile élémentaire en poudre, k Placebo de formule infantile élémentaire en poudre, l Lait infantile en poudre PH, m Formule infantile en poudre à base de soja PH, n Formule infantile en poudre à base de FOS et de GOS, o Lait infantile en poudre, p Formule infantile en poudre à base de soja, q Lait infantile RTF, r Placebo de formule infantile RTF, s Formule en poudre pour enfants en bas âge.

NOTE Les résultats sont exprimés en mg/100 g de produit final reconstitué (liquide « prêt à l'emploi » « tel quel »; poudres reconstituées (25 g dans 200 g d'eau); concentrés liquides dilués selon un rapport 1/1 en masse). Le SRM 1849a est exprimé en mg/100 g de produit.

Tableau A.15 — Données de fidélité pour le manganèse

Échantillon	1 ^a	2 ^b	3 ^c	4 ^d	5 ^e	6 ^f	7 ^g	8 ^h	9 ⁱ	10 ^j	11 ^k	12 ^l	13 ^m	14 ⁿ	15 ^o	16 ^p	17 ^q	18 ^r	19 ^s
Année de l'essai interlaboratoires	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016
Nombre de laboratoires	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14
Nombre de laboratoires non conformes	2	2	2	2	2	4	2	2	2	2	4	3	2	2	3	2	2	3	2
Nombre de valeurs aberrantes (laboratoires)	0	2	1	1	0	3	3	1	2	1	2	2	2	2	1	3	4	3	0
Nombre de laboratoires après élimination des valeurs aberrantes	12	10	11	11	12	7	9	11	10	11	8	9	10	10	10	9	8	8	12
Nombre de résultats acceptés	24	20	22	22	24	14	18	22	20	22	16	18	20	20	20	18	16	16	24
Valeur moyenne, mg/100 g	4,89	0,156	0,357	0,008	0,420	0,006	0,004	0,165	0,009	0,052	0,004	0,012	0,025	0,012	0,006	0,034	0,012	0,001	0,088
Écart-type de répétabilité, s_R , mg/100 g	0,088	0,001	0,023	0,001	0,023	0,000	0,000	0,006	0,000	0,001	0,000	0,000	0,001	0,000	0,000	0,001	0,000	0,000	0,002
Écart-type de reproductibilité, $s_{V,R}$, mg/100 g	0,221	0,011	0,062	0,002	0,039	0,000	0,000	0,014	0,001	0,005	0,001	0,002	0,002	0,002	0,001	0,002	0,002	0,001	0,010
Coefficient de variation de la répétabilité, $C_{V,R}$, %	1,81	0,9	6,5	8,5	5,36	2,80	4,9	3,65	2,34	1,6	4,63	3,20	2,1	1,5	6,30	2,9	3,45	18	2,48
Coefficient de variation de la reproductibilité, $C_{V,R}$, %	4,51	6,9	17,5	18,5	9,2	7,3	11,5	8,7	8,4	10,3	21,6	20,7	9,1	13,0	23,7	6,3	13,0	65	11,44
Valeur HorRat	0,51	0,46	1,32	0,80	0,72	0,30	0,43	0,58	0,37	0,58	0,82	0,94	0,46	0,59	0,97	0,33	0,59	1,95	0,70

a SRM NIST 1849a, b Poudre pour adultes pauvre en matières grasses, c Produit RTF pour adultes riche en matières grasses, d Placebo de produit RTF pour adultes riche en matières grasses, e Produit RTF pour adultes riche en protéines, f Placebo de produit RTF pour adultes riche en protéines, g Placebo de lait pédiatrique en poudre, h Lait pédiatrique en poudre, i Formule pédiatrique en poudre Illuma, j Formule infantile élémentaire en poudre, k Placebo de formule infantile élémentaire en poudre, l Lait infantile en poudre PH, m Formule infantile en poudre à base de soja PH, n Formule infantile en poudre à base de FOS, o Lait infantile en poudre, p Formule infantile en poudre à base de soja, q Lait infantile RTF, r Placebo de formule infantile RTF, s Formule en poudre pour enfants en bas âge.

NOTE Les résultats sont exprimés en mg/100 g de produit final reconstitué (liquide «prêt à l'emploi» «tel quel»; poudres reconstituées (25 g dans 200 g d'eau); concentrés liquides dilués selon un rapport 1/1 en masse). Le SRM 1849a est exprimé en mg/100 g de produit.

Tableau A.16 — Données de fidélité pour le sodium

Échantillon	1a	2b	3c	4d	5e	6f	7g	8h	9i	10j	11k	12l	13m	14n	15°	16p	17q	18r	19s
Année de l'essai interlaboratoires	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016
Nombre de laboratoires	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14
Nombre de laboratoires non conformes	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	3	2	2	2	2	2	2	2
Nombre de valeurs aberrantes (laboratoires)	1	0	0	0	0	0	0	1	0	1	0	1	0	0	1	0	0	1	0
Nombre de laboratoires après élimination des valeurs aberrantes	11	12	12	12	12	12	12	11	12	11	12	10	12	12	11	12	12	11	12
Nombre de résultats acceptés	22	24	24	24	24	24	24	22	24	22	24	20	24	24	22	24	24	22	24
Valeur moyenne, mg/100 g	427	24,5	140	138	102	102	4,96	18,5	20,3	26,9	26,9	17,5	26,6	15,9	15,5	25,2	18,4	12,2	29,3
Écart-type de répétabilité, s_r , mg/100 g	7,6	0,452	3,09	4	1,77	0,93	0,238	0,64	0,729	1,20	0,495	0,27	0,82	0,384	0,407	1,05	0,664	0,358	0,408
Écart-type de reproductibilité, s_R , mg/100 g	10,9	1,99	6,75	8	6,22	5,60	0,662	1,26	1,76	2,21	2,15	1,39	1,99	1,24	1,42	2,04	1,71	0,80	2,25
Coefficient de variation de la répétabilité, $C_{V,r}$, %	1,78	1,84	2,21	3,1	1,73	0,90	4,80	3,45	3,59	4,5	1,84	1,5	3,10	2,42	2,62	4,18	3,61	2,95	1,40
Coefficient de variation de la reproductibilité, $C_{V,R}$, %	2,54	8,12	4,84	5,9	6,08	5,48	13,4	6,8	8,66	8,2	7,98	8,0	7,48	7,77	9,13	8,10	9,32	6,6	7,68
Valeur HorRat	0,56	1,16	0,90	1,10	1,08	0,97	1,50	0,93	1,20	1,19	1,16	1,08	1,08	1,04	1,22	1,16	1,28	0,85	1,13

a SRM NIST 1849a, b Poudre pour adultes pauvre en matières grasses, c Produit RTF pour adultes riche en matières grasses, d Placebo de produit RTF pour adultes riche en matières grasses, e Produit RTF pour adultes riche en protéines, f Placebo de produit RTF pour adultes riche en protéines, g Placebo de lait pédiatrique en poudre, h Lait pédiatrique en poudre, i Formule pédiatrique en poudre Illuma, j Formule infantile élémentaire en poudre, k Placebo de formule infantile élémentaire en poudre, l Lait infantile en poudre PH, m Formule infantile en poudre à base de soja PH, n Formule infantile en poudre à base de FOS et de GOS, o Lait infantile en poudre, p Formule infantile en poudre à base de soja, q Lait infantile RTF, r Placebo de formule infantile RTF, s Formule en poudre pour enfants en bas âge.

NOTE Les résultats sont exprimés en mg/100 g de produit final reconstitué (liquide «prêt à l'emploi» «tel quel»; poudres reconstituées (25 g dans 200 g d'eau); concentrés liquides dilués selon un rapport 1/1 en masse). Le SRM 1849a est exprimé en mg/100 g de produit.

Tableau A.17 — Données de fidélité pour le phosphore

Échantillon	1 ^a	2 ^b	3 ^c	4 ^d	5 ^e	6 ^f	7 ^g	8 ^h	9 ⁱ	10 ^j	11 ^k	12 ^l	13 ^m	14 ⁿ	15 ^o	16 ^p	17 ^q	18 ^r	19 ^s	
Année de l'essai interlaboratoires	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016
Nombre de laboratoires	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14
Nombre de laboratoires non conformes	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	4	3	3	3	3	3	3	3	3
Nombre de valeurs aberrantes (laboratoires)	0	0	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Nombre de laboratoires après élimination des valeurs aberrantes	11	11	10	11	11	11	11	11	11	11	11	10	11	11	11	11	11	11	11	11
Nombre de résultats acceptés	22	22	20	22	22	22	22	22	22	22	22	20	22	22	22	22	22	22	22	22
Valeur moyenne, mg/100 g	401	29,7	89,5	70,8	94,9	41,1	23,8	44,4	22,6	51,8	48,3	25,6	41,3	23,6	32,3	49,6	29,1	25,2	49,1	0,65
Écart-type de répétabilité, s_R , mg/100 g	11,8	0,498	2,3	1,4	3,28	0,74	0,55	1,73	0,69	1,54	0,95	0,310	0,56	0,272	1,18	2,34	0,635	0,37	0,65	0,65
Écart-type de reproductibilité, $s_{R,R}$, mg/100 g	18,5	2,11	7,4	1,8	5,85	1,68	1,86	3,68	1,88	3,64	3,42	1,98	2,89	2,04	2,61	3,67	1,95	1,39	3,18	3,18
Coefficient de variation de la répétabilité, $C_{V,R}$, %	2,94	1,68	2,6	2,0	3,46	1,81	2,32	3,89	3,04	2,98	1,96	1,21	1,36	1,16	3,66	4,72	2,18	1,49	1,33	1,33
Coefficient de variation de la reproductibilité, $C_{V,R,R}$, %	4,62	7,1	8,3	2,5	6,17	4,08	7,8	8,3	8,3	7,0	7,08	7,76	7,0	8,7	8,1	7,4	6,69	5,5	6,5	6,5
Valeur HorRat	1,01	1,04	1,44	0,42	1,08	0,63	1,11	1,29	1,18	1,13	1,12	1,12	1,08	1,23	1,20	1,18	0,98	0,79	1,03	1,03

a SRM NIST 1849a, b Poudre pour adultes pauvre en matières grasses, c Produit RTF pour adultes riche en matières grasses, d Placebo de produit RTF pour adultes riche en matières grasses, e Produit RTF pour adultes riche en protéines, f Placebo de produit RTF pour adultes riche en protéines, g Placebo de lait pédiatrique en poudre, h Lait pédiatrique en poudre, i Formule pédiatrique en poudre Illuma, j Formule infantile élémentaire en poudre, k Placebo de formule infantile élémentaire en poudre, l Lait infantile en poudre PH, m Formule infantile en poudre à base de soja PH, n Formule infantile en poudre à base de FOS, o Lait infantile en poudre, p Formule infantile en poudre à base de soja, q Lait infantile RTF, r Placebo de formule infantile RTF, s Formule en poudre pour enfants en bas âge.

NOTE Les résultats sont exprimés en mg/100 g de produit final reconstitué (liquide «prêt à l'emploi» «tel quel»; poudres reconstituées (25 g dans 200 g d'eau); concentrés liquides dilués selon un rapport 1/1 en masse). Le SRM 1849a est exprimé en mg/100 g de produit.

Tableau A.18 — Données de fidélité pour le zinc

Échantillon	1 a	2 ^b	3 ^c	4 ^d	5 ^e	6 ^f	7 ^g	8 ^h	9 ⁱ	10 ^j	11 ^k	12 ^l	13 ^m	14 ⁿ	15 ^o	16 ^p	17 ^q	18 ^r	19 ^s
Année de l'essai interlaboratoires	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016
Nombre de laboratoires	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14
Nombre de laboratoires non conformes	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	7	3	2	2	2	2	2	2	2
Nombre de valeurs aberrantes (laboratoires)	0	0	1	1	0	1	1	2	1	2	2	1	0	2	2	0	1	3	1
Nombre de laboratoires après élimination des valeurs aberrantes	12	12	11	11	12	11	11	10	11	10	5	10	12	10	10	12	11	9	11
Nombre de résultats acceptés	24	24	20	20	24	22	22	20	22	20	10	20	24	20	20	24	22	18	22
Valeur moyenne, mg/100 g	15,2	0,748	2,57	0,46	2,22	0,289	0,161	0,740	0,554	0,750	0,007	0,552	0,580	0,608	0,551	0,852	0,706	0,094	0,335
Écart-type de répétabilité, s_r , mg/100 g	0,559	0,015	0,034	0,015	0,058	0,009	0,006	0,026	0,020	0,020	0,002	0,023	0,014	0,015	0,028	0,037	0,012	0,003	0,009
Écart-type de reproductibilité, s_R , mg/100 g	0,80	0,071	0,151	0,028	0,178	0,026	0,024	0,047	0,034	0,075	0,003	0,044	0,055	0,034	0,037	0,083	0,029	0,009	0,033
Coefficient de variation de la répétabilité, $C_{V,r}$, %	3,69	2,05	1,32	3,3	2,61	3,09	3,5	3,45	3,64	2,6	30,6	4,16	2,41	2,53	5,03	4,35	1,71	3,3	2,7
Coefficient de variation de la reproductibilité, $C_{V,R}$, %	5,26	9,4	5,9	6,2	7,99	9,0	14,9	6,3	6,1	10,0	54	7,98	9,5	5,6	6,6	9,7	4,11	9,0	9,9
Valeur HorRat	0,70	0,80	0,60	0,49	0,80	0,66	1,00	0,54	0,50	0,84	2,22	0,64	0,77	0,46	0,54	0,84	0,34	0,56	0,75

^a SRM NIST 1849a, ^b Poudre pour adultes pauvre en matières grasses, ^c Produit RTF pour adultes riche en matières grasses, ^d Placebo de produit RTF pour adultes riche en matières grasses, ^e Produit RTF pour adultes riche en protéines, ^f Placebo de produit RTF pour adultes riche en protéines, ^g Placebo de lait pédiatrique en poudre, ^h Lait pédiatrique en poudre, ⁱ Formule pédiatrique en poudre Illuma, ^j Formule infantile élémentaire en poudre, ^k Placebo de formule infantile élémentaire en poudre, ^l Lait infantile en poudre PH, ^m Formule infantile en poudre à base de soja PH, ⁿ Formule infantile en poudre à base de FOS et de GOS, ^o Lait infantile en poudre, ^p Formule infantile en poudre à base de soja, ^q Lait infantile RTF, ^r Placebo de formule infantile RTF, ^s Formule en poudre pour enfants en bas âge.

NOTE Les résultats sont exprimés en mg/100 g de produit final reconstitué (liquide «prêt à l'emploi» «tel quel»; poudres reconstituées (25 g dans 200 g d'eau); concentrés liquides dilués selon un rapport 1/1 en masse). Le SRM 1849a est exprimé en mg/100 g de produit.

Annexe B (informative)

Notes relatives à la technique de détection, aux interférences et à la quantification

B.1 Généralités

Les techniques AES sont largement employées pour l'analyse qualitative et quantitative. La présente annexe décrit un certain nombre de phénomènes pouvant être importants pour l'interprétation des modes opératoires du présent document. Bien que certains éléments techniques soient abordés, la présente annexe n'est pas destinée à constituer un manuel de techniques spectroscopiques.

B.2 Interférences

B.2.1 Généralités

Pour la détermination d'un analyte spécifique dans un échantillon, les lignes les plus sensibles sont généralement préférées. En cas d'interférences, en particulier d'interférences spectrales, une autre ligne doit être sélectionnée, même si elle est moins sensible. On sait que la technique ICP-AES est soumise à diverses interférences, qui sont brièvement décrites ci-après.

B.2.2 Interférences spectrales

Une interférence de lignes spectrales, où les lignes atomiques se chevauchent ou ne sont pas séparées, est souvent rencontrée en émission atomique, où la lumière est émise non seulement par l'élément d'intérêt, mais aussi par tous les autres éléments présents dans l'échantillon. Très souvent, ce type d'interférence peut être éliminé par le choix approprié de la ligne d'émission et peut être vérifié avec une seconde ligne d'émission ([Tableau B.1](#)). S'assurer que la valeur de concentration de la seconde ligne de vérification ne s'écarte pas de la première ligne d'émission de plus de ± 5 %.

Un type d'interférence spectrale rencontrée dans les techniques d'émission est la survenue de spectres à émission de bande dus à la présence d'espèces moléculaires.

B.2.3 Interférences d'ionisation

Les interférences d'ionisation sont causées par la présence d'éléments facilement ionisables dans la matrice de l'échantillon, entraînant un changement de l'équilibre d'ionisation de l'analyte en raison d'une augmentation de la densité d'électrons. Ces interférences ont également été constatées sur des instruments à faibles débits d'argon.

L'ajout de plus grandes quantités d'un élément facilement ionisable (par exemple, solution de césium à 0,5 % en fraction massique) à l'échantillon et aux solutions d'étalonnage peut être utilisé pour surmonter ce type d'interférence.

B.2.4 Interférences physiques

Les interférences physiques sont causées par des différences de certaines propriétés physiques des solutions (échantillon et étalons) comme la viscosité, la tension de surface et la pression de vapeur. Ces différences peuvent entraîner des changements d'efficacité d'aspiration, de nébulisation ou d'atomisation.

Ils peuvent être surmontés dans une certaine mesure en appliquant une correction de la matrice des solutions d'étalonnage, par dilution ou en ajoutant des concentrations d'acide relativement élevées, ou par la technique d'ajout d'un étalon.

Tableau B.1 — Longueurs d'onde d'émission sélectionnées, longueurs d'onde de seconde vérification et interférences pour la détermination par ICP-AES

Élément	Longueur d'onde d'émission nm	Type de ligne	Interférence
Ca	210,324	Ion	Y
	211,276	Ion	
	317,933	Ion	
	422,673	Atome	
Cu	324,754	Atome	Ti, Fe
	327,395	Atome	
Fe	238,204	Ion	
	259,940	Ion	
	239,563	Ion	
K	766,491	Atome	
	769,897	Atome	
Mg	279,800	Ion	Fe
	285,213	Atome	
Mn	257,610	Ion	Fe, Mo, Cr, Al, Fe
	293,306	Ion	
	259,372	Ion	
Na	588,995	Atome	Ar
	589,592	Atome	
P	213,618	Atome	Cu, Fe, Mo, Zn Cu, Al, mg
	214,914	Atome	
Zn	202,548	Ion	P
	213,857	Atome	
Y (étalon interne)	360,074	Ion	
	410,237	Atome	
In (étalon interne)	303,936	Atome	
Sr (étalon interne)	460,733	Atome	

NOTE D'autres lignes de sensibilité appropriée, exemptes d'interférences ou corrigées en fonction des interférences dans des matrices spécifiques, peuvent être aussi acceptables.

B.3 Quantification

B.3.1 Généralités

Les techniques spectroscopiques ne permettant pas de mesurer les concentrations directement, mais par conversion du signal d'émission en une concentration, l'étalonnage est inévitable. L'étalonnage peut être réalisé au moyen d'une courbe d'étalonnage.

B.3.2 Courbe d'étalonnage

Une courbe d'étalonnage est construite en ajoutant des quantités croissantes de la substance à étudier dans une solution d'une matrice support. La condition la plus difficile à satisfaire est que les solutions utilisées pour élaborer la courbe d'étalonnage doivent être strictement identiques à celles utilisées pour l'analyse de l'échantillon. Toutefois, les courbes d'étalonnage sont souvent enregistrées avec des solutions ne contenant que le composé étudié, tandis que l'échantillon lui-même introduit diverses autres substances.

Des connaissances insuffisantes sur la composition de l'échantillon peuvent créer de sérieuses difficultés pour la prise en compte de l'influence de la matrice. Toutefois, si la composition des échantillons est très bien connue et ne varie pas trop d'un échantillon à un autre, la correction par matrice est préférée à l'ajout d'un étalon, en particulier dans les déterminations multi-éléments. Souvent, le rapport entre l'intensité de l'analyte et l'intensité d'un second élément ajouté à l'échantillon (étalon interne) est utilisé pour améliorer la fidélité de l'analyse. De cette manière également, certaines des variables d'excitation et de traitement des spectres peuvent être minimisées ou éliminées en adoptant la technique de l'étalon interne.

Si la linéarité est garantie, il convient que deux solutions d'étalonnage soient suffisantes pour établir la courbe d'étalonnage.

Néanmoins, trois à cinq solutions d'étalonnage sont recommandées. Dans tous les cas, il convient de vérifier régulièrement la linéarité. Il convient de choisir le domaine de travail de sorte que la concentration de la solution d'échantillon soit située au milieu de la courbe d'étalonnage.

B.3.3 Étalon interne

Si un étalon interne est utilisé en ligne, il corrigera la dérive du signal. La prise d'essai a besoin d'une dilution exacte. Si l'étalon interne est ajouté à la prise d'essai, il corrigera la dérive du signal ou la dilution.

B.3.4 Ajout d'étalon

L'ajout d'étalon est un moyen de vérifier le mesurage des concentrations pour les échantillons ayant des composants très variables. La méthode d'ajout d'étalon est également employée pour compenser les interférences chimiques et autres interférences de la matrice et leurs effets. L'ajout d'étalon est aussi un moyen de vérifier que la minéralisation est totale.

L'ajout d'étalon est un petit volume de concentration connue (par exemple, fiole de solution d'étalonnage numéro 3, voir [Tableau 3](#)). Il convient que la récupération soit comprise entre 90 % et 100 %.

Bibliographie

- [1] ISO 707 | FIL 50, *Lait et produits laitiers — Lignes directrices pour l'échantillonnage*
- [2] ISO 5725-2, *Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure — Partie 2: Méthode de base pour la détermination de la répétabilité et de la reproductibilité d'une méthode de mesure normalisée*
- [3] AOAC INTERNATIONAL. *AOAC Official Methods Program, Associate Referee's Manual on development, Study, Review, and Approval Process*. Part IV AOAC Guidelines for Collaborative Studies, 1995, pp. 23–51
- [4] AOAC SMPR 2014.004, *Standard Method Performance Requirements for Minerals and Trace Elements in Infant Formula and Adult/Pediatric Nutritional Formula*

ISO 15151:2018(F)
FIL 229:2018(F)

ICS 67.100.10

Prix basé sur 26 pages

© ISO et FIL 2018 – Tous droits réservés