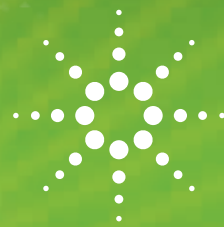


ANALYSE AGROALIMENTAIRE

MESURE DES ÉLÉMENTS MAJEURS ET MINEURS DANS LE LAIT AVEC LE MP-AES AGILENT 4200



Solutions pour votre laboratoire d'analyse
Marchés et programmes d'application

Auteurs

Robeul Alom et
Glenn Woods
Spécialiste Applications

Ute Steeg
Agilent Technologies Ltd, Royaume-Uni

RÉSUMÉ

Cette note d'application présente les performances analytiques du spectromètre MP-AES Agilent 4200 pour l'analyse du lait. Les éléments majeurs (Ca, K, Mg, Na et P) ainsi que les éléments mineurs (Fe, Zn et Cu) ont été déterminés dans un matériau de référence certifié (poudre de lait écrémé) dilué dans une solution aqueuse contenant 0,5 % TMAH, 0,5 % Triton X-100, 0,03 % EDTA et 1 g/L CsNO₃. Associé au système de nébulisation Flow Blurring, le MP-AES 4200 réduit au minimum les effets de matrice et garantit une exactitude et une précision maximales. Une excellente stabilité à long terme est obtenue avec des RSD compris entre 0,7 % et 2,8 % ; cette méthode peut donc être utilisée pour des analyses de routine.

INTRODUCTION

L'analyse en routine et de manière exacte de la teneur en éléments majeurs et mineurs dans le lait est un indicateur essentiel de la qualité et de l'apport nutritif du produit. De manière courante, les échantillons de lait sont préparés par minéralisation par voie humide ou par calcination à sec [1]. Toutefois, ces méthodes sont longues et nécessitent l'utilisation de produits chimiques potentiellement dangereux. Il serait bien évidemment préférable d'analyser le lait directement, cependant la distribution non uniforme des analytes dans le lait [2] et l'efficacité de nébulisation réduite peuvent conduire à des données dont le degré d'exactitude et de précision reste insuffisant. [3]

Le lait constitue une matrice complexe mais la stabilisation et l'homogénéisation des éléments est possible par simple dilution dans un diluant aqueux contenant de l'hydroxyde de tétraméthylammonium (TMAH), le tensioactif Triton X-100 et l'acide éthylènediaminetétraacétique (EDTA). Cette combinaison de réactifs solubilise l'échantillon et permet la chélation des ions métalliques tout en réduisant le risque de pertes par précipitation et/ou adsorption. Le nébuliseur inerte OneNeb utilise la technologie Flow Blurring qui accroît la tolérance aux sels dissous tout en améliorant l'efficacité de nébulisation par rapport aux nébuliseurs conventionnels [4]. Beaucoup des composants principaux du lait, dont le Ca, K, Mg et Na, sont des éléments facilement ionisables (EIE) et peuvent induire des interférences d'ionisation [5]. Pour remédier à ce problème, il suffit d'ajouter à toutes les solutions un autre élément facilement ionisable, tel que le nitrate de césium (CsNO₃) à 1 g/L, qui agit comme tampon d'ionisation. Ce tampon sature le plasma d'électrons libres et déplace l'équilibre d'ionisation pour ramener le métal à son état non excité. Le césium a été choisi comme tampon d'ionisation car son premier niveau d'énergie d'ionisation est faible et ne génère pas généralement d'interférences spectrales.



Cette note d'application décrit la méthodologie analytique pour l'analyse multi-élémentaire d'éléments majeurs (Ca, K, Mg, Na, P) et mineurs (Fe, Zn, Cu) dans le lait à l'aide du spectromètre d'émission atomique par plasma micro-ondes (MP-AES) Agilent 4200. L'exactitude et la précision de la méthode ont été évaluées en utilisant un matériau de référence européen, la poudre de lait BD151.

TECHNIQUE ANALYTIQUE

Instruments

Toutes les mesures ont été réalisées à l'aide du MP-AES Agilent 4200 équipé d'un système d'introduction standard comprenant le nébuliseur OneNeb Agilent, une chambre de nébulisation cyclonique double passage et une torche Easy Fit. Le passeur automatique d'échantillons Agilent SPS3 a été utilisé pour une opération sans surveillance. Les raies optimales ont été sélectionnées en fonction des longueurs d'onde exemptes d'interférences spectrales et ayant une sensibilité appropriée. La correction de fond et des interférences spectrales est faite simultanément grâce au logiciel MP-Expert. Les tableaux 1 et 2 présentent les paramètres opératoires de l'instrument.

Élément	Longueur d'onde (nm)	Débit du nébuliseur (L/min)
Ca	612,222	0,95
Na	568,820	0,9
Cu	327,395	0,65
Fe	371,993	0,65
Zn	213,857	0,3
K	404,414	0,75
P	214,915	0,4
Mg	518,360	0,75

Tableau 1 : Longueur d'onde, débit de nébuliseur pour Ca, K, Mg, Na, P, Fe, Zn et Cu.

Paramètre de l'instrument	Réglage
Nombre de réplicats	3
Temps de stabilisation	20
Correction de fond	AUTO
Gaz plasma (s)	24
N2 (psi)	82
Air (psi)	60

Réactifs et solutions étalons

Des solutions mères mono-élémentaires (Agilent Technologies) contenant 10 g/L de Ca, K, Mg, Na, P, Fe, Zn et Cu ont été utilisées pour préparer les mélanges étalon. Les étalons ont été préparés avec de l'eau Milli-Q 18 M Ω avec 0,5 % v/v TMAH (Alfa Aesar), 0,05 % Triton X-100 (BDH Laboratory Supply) et 0,03 % v/v EDTA (Sigma Aldrich) à partir d'une solution mère contenant 1 % v/v TMAH, 0,1 % w/v Triton X-100 et 0,06 % v/v EDTA. Du CsNO₃ à 99,8 % (Alfa Aesar) a été utilisé comme tampon d'ionisation.

Préparation d'échantillons

Un échantillon de référence certifié de poudre de lait écrémé ERM-BD151 a été obtenu auprès de LGC Standards et a servi pour valider l'exactitude de la méthode. Des aliquotes de 0,5 g de poudre de lait ont été dissous dans 25 mL contenant 1 % TMAH, 0,1 % Triton X-100, 0,06 % EDTA et 5 mL CsNO₃ à 10 g/L. De l'eau Milli-Q 18 M Ω a été ajoutée pour obtenir un volume final de 50 mL. Pour s'assurer de l'homogénéité du mélange, les flacons ont été placés dans un bain ultra-sonique pendant 10 minutes puis agités vigoureusement pendant une minute.

RÉSULTATS ET DISCUSSION

L'analyse de l'ensemble des éléments a été effectuée en un passage unique de l'échantillon. L'exactitude des résultats produits par le MP-AES a été évaluée en les comparant aux valeurs de référence pour l'ERM-BD151. Le tableau 3 montre une exactitude des résultats très satisfaisante sur une gamme étendue de concentrations. L'écart entre les concentrations mesurées et les concentrations certifiées était inférieur à 5 % pour tous les éléments. Les mesures de l'échantillon de référence ont été répétées sur une période de 2 heures et une excellente stabilité des résultats a été démontrée pour tous les éléments. Les résultats de ce test de stabilité sont présentés dans la Figure 1 et le Tableau 4.

Le plasma était alimenté en azote extrait directement de l'air par le générateur d'azote Agilent 4107. Le plasma micro-ondes élimine le besoin de recourir à des gaz de qualité analytique, onéreux et dangereux tels que l'acétylène utilisé par exemple en spectrométrie d'absorption atomique flamme (FAAS) ; les coûts de fonctionnement sont donc moindres [6].

Élément	Valeurs certifiées [g/kg]	Incertitude [g/kg]	Résultat [g/kg]	Recouvrement [%]
Ca	13,9	0,7	14,21	102
K	17	0,8	16,66	98
Mg	1,26	0,07	1,31	104
Na	4,19	0,23	4,25	101
P	11	0,6	11,27	102
	Valeurs certifiées [mg/kg]	Incertitude [mg/kg]	Résultat [mg/kg]	Recouvrement [%]
Zn	44,9	2,3	45,89	102
Fe	53	4	50,51	95
Cu	5	0,23	5,13	103

Tableau 3 : Détermination du Ca, K, Mg, Na, P, Fe, Zn et Cu dans une solution contenant du TMAH, Triton X-100, EDTA et du tampon d'ionisation avec le MP-AES 4200.

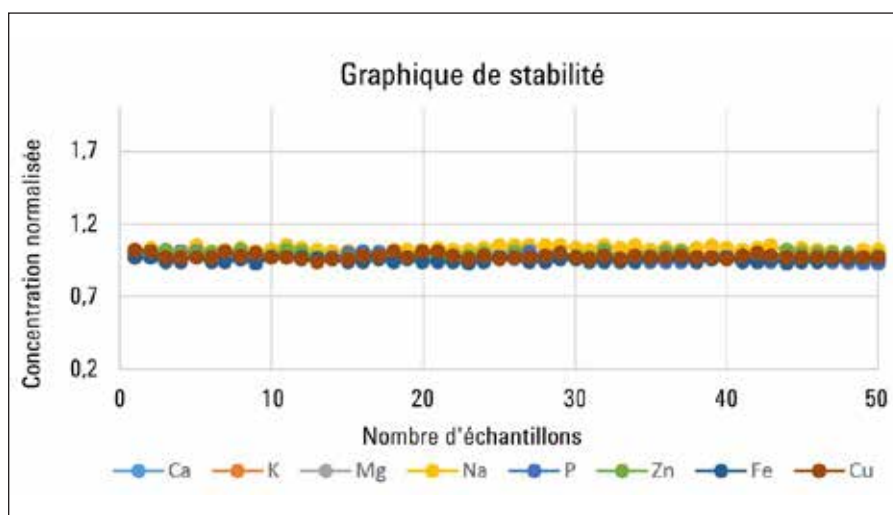


Figure 1 : Tracé de stabilité pour tous les éléments. L'échantillon de référence était analysé de manière répétitive sur une période de 2 heures. Il est à noter que le volume d'échantillon n'a permis que 53 mesures.

Élément	Ca	K	Mg	Na	P	Zn	Fe	Cu
%RSD	1,84	0,69	2,77	1,38	2,37	2,19	1,31	1,75

Tableau 4 : Étude de stabilité des RSD pour Ca, K, Mg, Na, P, Fe, Zn et Cu.

CONCLUSION

L'analyse directe de la teneur totale en métaux d'un échantillon de référence de lait écrémé dilué dans un mélange de TMAH, Triton X-100, EDTA et tampon d'ionisation est une méthode simple et efficace pouvant être mise en œuvre dans le cadre d'analyses de routine. La concordance entre toutes les mesures et les valeurs certifiées pour l'ERM était très satisfaisante, et a permis de valider l'exactitude de la méthode. La stabilité à long terme était excellente. Les RSD étaient comprises entre 0,7 % pour K et 2,8 % pour Mg, ce qui démontre que cette méthode peut être utilisée pour des analyses de routine. L'instrument MP-AES 4200 équipé de la technologie de nébulisation Flow Blurring relève les défis de l'analyse de routine du lait tout en assurant une précision et une exactitude excellentes.

RÉFÉRENCES

1. J. Arnaud, M. C. Bouillet, J. Alary, A. Favier, Zinc determination in human milk by flameless atomic absorption spectrometry after dry ashing, *Food Chemistry* 44 (1992) 213-219.
2. P. Pohl and B. Prusisz, Determination of Ca, Mg, Fe and Zn partitioning in UHT cow milks by two- column ion exchange and flame atomic absorption spectrometry detection, *Talanta* 71 (2007) 715-721.
3. S. E. Emmet, Analysis of liquid milk by inductively coupled plasma mass spectrometry, *J. Anal. At. Spectrom.* 3 (1988) 1145-1146.
4. M. A. Aguirre, N. Kovachev, B. Almagro, M. Hidalgo, A. Canals, Compensation for matrix effects on ICP-OES by on-line calibration methods using a new multi-nebulizer based on flow blurring technology, *J Anal. At. Spectrom.*, 25 (2010) 1724-1732
5. M. F. Zaranykia, A. T. Chirenje, C. Mahamadi, Interference effects from easily ionizable elements in flame AES and ICP-OES: A proposed simplified rate modal based on collisional charge transfer between analyte and interferent species, Department of chemistry, University of Zimbabwe, Salisbury, [2007].
6. Benefits of transitioning from FAAS to the 4200 MP-AES. Disponible sur : <https://www.chem.agilent.com/Library/eseminars/Public/4200%20MP-AES%20for%20Mining%20Playlist.pdf>



Solutions pour votre laboratoire d'analyse
Marchés et programmes d'application
www.solutions-to-win.com

The Measure of Confidence



Agilent Technologies

Les produits Agilent sont réservés à la recherche.
Ne pas utiliser dans les procédures de diagnostic.
Les informations, descriptions et spécifications dans cette publication peuvent être modifiées sans préavis.

© Agilent Technologies, Inc. 2015
Imprimé aux États-Unis, le 29 mai 2015
5991-5959FR