

NORME  
INTERNATIONALE

**ISO**  
**12193**

Première édition  
1994-11-01

---

---

**Corps gras d'origines animale et  
végétale — Détermination de la teneur en  
plomb — Méthode par spectrométrie  
d'absorption atomique avec four en  
graphite**

<https://standards.iteh.ai/standards/iso-12193-1994>  
*Animal and vegetable fats and oils — Determination of lead content —  
Graphite furnace atomic absorption method*



Numéro de référence  
ISO 12193:1994(F)

## 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 (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 12193 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits agricoles alimentaires*, sous-comité SC 11, *Corps gras d'origines animale et végétale*.

L'annexe A de la présente Norme internationale est donnée uniquement à titre d'information.

© ISO 1994

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, 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 et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

Organisation internationale de normalisation  
Case Postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse

Imprimé en Suisse

# Corps gras d'origines animale et végétale — Détermination de la teneur en plomb — Méthode par spectrométrie d'absorption atomique avec four en graphite

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode de détermination des traces de plomb (< 0,1 mg/kg) dans les corps gras d'origines animale et végétale, désignés ci-après par «corps gras».

graphite, préalablement étalonné à l'aide de solutions étalons d'un composé organique de plomb. Calcul de la teneur en plomb à partir de l'absorption à la longueur d'onde choisie de 283,3 nm.

## 2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 661:1989, *Corps gras d'origines animale et végétale — Préparation de l'échantillon pour essai*.

ISO 3696:1987, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai*.

## 3 Principe

Atomisation d'une prise d'essai du corps gras dans un spectromètre d'absorption atomique avec four en

## 4 Réactifs

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau de qualité 2, conforme aux spécifications de l'ISO 3696.

### 4.1 Cyclohexane

**4.2 Huile de dilution**, par exemple huile alimentaire raffinée, liquide à la température ambiante.

La conserver dans un flacon en polypropylène ou en polyéthylène exempt de métaux (5.1). La teneur en plomb de l'huile ne doit pas être supérieure à 1 µg/kg.

NOTE 1 Les huiles alimentaires raffinées ont une teneur en plomb inférieure à 1 µg/kg.

### 4.3 Solution étalon mère

Préparer une solution étalon mère ayant une teneur en plomb de 10 mg/kg, par dilution appropriée de l'étalon organométallique de plomb avec l'huile (4.2).

NOTE 2 On peut se procurer un étalon approprié, par exemple, auprès de Continental Oil Company, Ponca City,

Oklahoma, USA (Conostan, 5 000 mg/kg) ou Merck, D-1600 Darmstadt, Allemagne (1 000 mg/kg).<sup>1)</sup>

#### 4.4 Solutions étalons de travail

Le jour de leur utilisation, préparer les solutions de travail ayant des teneurs en plomb de 0,020 mg/kg, 0,050 mg/kg et 0,100 mg/kg en diluant la solution mère (4.3) avec le corps gras raffiné (4.2).

#### 4.5 *n*-Heptane

#### 4.6 Modificateur de matrice.

Dissoudre 2 g de lécithine de soja contenant approximativement 2 % (*m/m*) de phosphore, dans 100 ml de cyclohexane.

NOTE 3 Une lécithine appropriée est disponible auprès de Unimills Zwijndrecht, Nederlands, ou Verein Deutscher Oelfabriken, D-6800 Mannheim, Germany (Bolec M), ou de Lucas Meyer GmbH & Co, D-2000 Hamburg, Germany.<sup>1)</sup>

#### 4.7 Argon, ayant une pureté minimale de 99,99 %.

NOTE 4 Si l'on ne peut pas disposer d'argon, l'azote peut être utilisé pour purger l'appareillage. Étant donné qu'au dessus de 2 300 °C, l'azote forme du cyanure d'hydrogène qui est un gaz toxique, il est nécessaire de ventiler en permanence la zone où se situe le four.

### 5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire et, en particulier, ce qui suit.

**5.1 Flacons et bouchons**, en polypropylène ou en polyéthylène, exempt de métal, d'une capacité de 20 ml.

NOTE 5 Les flacons en polypropylène ou en polyéthylène peuvent être rendus exempts de métaux de la façon suivante: nettoyer soigneusement les flacons avec une solution chaude d'acide nitrique [ $c(\text{HNO}_3) = 1 \text{ mol/l}$ ], les rincer avec de l'eau puis les sécher à l'étuve à environ 80 °C.

**5.2 Micropipettes**, de 20  $\mu\text{l}$ .

**5.3 Embouts de micropipettes**

**5.4 Four électrique**, réglable à  $60 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ .

**5.5 Spectromètre d'absorption atomique**, muni soit d'une imprimante en mode «hauteur de pic», soit d'un enregistreur à stylet en mode «continu» (réponse pleine échelle en 0,2 s), ainsi que d'une lampe à cathode creuse appropriée ou d'une lampe à excitation haute fréquence EDL et d'un correcteur de fond au deutérium.

NOTE 6 Un spectromètre d'absorption atomique avec effet Zeeman peut être utilisé.<sup>1)</sup>

**5.6 Atomiseur à four en graphite**, placé dans le spectromètre d'absorption atomique (5.5) et doté d'une unité de commande pour la programmation de la température.

**5.7 Tube en graphite**, non revêtu.

NOTE 7 Un tube en graphite pyrolytique revêtu peut être utilisé en combinaison avec une plate-forme pyrolytique.

**5.8 Plate-forme pyrolytique**, (facultatif).

### 6 Échantillonnage

Il est important que le laboratoire reçoive un échantillon réellement représentatif, non endommagé ou modifié lors du transport et de l'entreposage.

L'échantillonnage ne fait pas partie de la méthode spécifiée dans la présente Norme internationale. Une méthode d'échantillonnage recommandée est donnée dans l'ISO 5555.

### 7 Préparation de l'échantillon pour essai

Préparer l'échantillon pour essai conformément à l'ISO 661.

**Ne pas filtrer l'échantillon pour essai.**

### 8 Mode opératoire

NOTE 8 S'il y a lieu de vérifier si l'exigence de répétabilité est satisfaite, effectuer deux déterminations séparées dans les conditions de répétabilité.

#### 8.1 Préparation de l'appareillage

**8.1.1** Mettre en marche le spectromètre d'absorption atomique (5.5) et le correcteur de fond au deutérium.

1) Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente Norme internationale et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif du (des) produit(s) ainsi désigné(s).

Tableau 1 — Programmes pour atomiseur à four en graphite

Tube en graphite	Étape	Température °C	Durée de montée en température s	Durée de palier à température s	Débit de gaz interne ml/min
Sans plate-forme	1	100	10	20	300
	2	650	60	40	300
	3	1 900	0	5	0
	4	2 700	1	3	50
Avec plate-forme	1	200	10	20	300
	2	650	60	40	300
	3	1 700	0	5	0
	4	2 700	1	3	50

**8.1.2** Conformément aux instructions du fabricant, procéder au réglage de l'intensité de la lampe, ainsi qu'au réglage de la longueur d'onde, de la largeur de fente et de l'amplification.

La longueur d'onde requise est 283,3 nm.

**8.1.3** Optimiser la position de l'atomiseur à four en graphite (5.6) dans le spectromètre d'absorption atomique (5.5) et régler le programme requis sur l'unité de commande du four, conformément au tableau 1.

NOTE 9 Si l'appareillage disponible ne peut être réglé conformément au tableau 1, utiliser un programme comparable adapté à l'appareillage. Si, dans un tel cas, la correction de fond n'est pas satisfaisante, diluer la prise à blanc, l'étalon et l'échantillon pour essai avec un solvant organique (par exemple le *n*-heptane), à un maximum de 1:2 (*m/m*) et effectuer les mesurages spectrométriques à température ambiante.

Placer la plate-forme (5.8) s'il y a lieu, dans le tube en graphite (5.7).

NOTE 10 L'atomisation dans le tube tel quel ou avec une plate-forme peut être utilisée indifféremment. Cependant la fidélité et la sensibilité sont deux fois plus élevées avec le second type d'atomisation.

**8.1.4** Avant chaque injection d'échantillon, prétraiter l'embout de la micropipette (5.3) en pipettant puis en rejetant 20 µl de cyclohexane.

NOTE 11 Le film de cyclohexane restant sur la paroi de l'embout facilite un transfert reproductible de l'échantillon.

## 8.2 Prétraitement de l'échantillon pour essai et des solutions préparées

**8.2.1** Placer l'échantillon pour essai, l'huile raffinée (4.2) et les solutions étalons de travail (4.4) dans le four (5.4), réglé à 60 °C pendant 15 min au moins avant la détermination.

**8.2.2** Agiter vigoureusement tous les échantillons pour essai et les solutions avant analyse.

## 8.3 Détermination

### 8.3.1 Essai à blanc du tube en graphite

Enregistrer l'absorbance, si elle existe, du tube en graphite et régler l'appareil de façon que ce relevé corresponde au zéro de l'absorbance.

### 8.3.2 Essai à blanc du corps gras

Peser 5,00 g d'huile de dilution prétraitée (8.2.1) dans un flacon (5.1), ajouter 5,00 g de modificateur de matrice (4.6) et mélanger soigneusement.

Injecter 20 µl du mélange dans le four en graphite, démarrer le programme et enregistrer l'absorbance.

### 8.3.3 Étalonnage de l'appareillage

Peser 5,00 g de chacune des solutions étalons de travail prétraitées (8.2.1) dans trois flacons (5.1), ajouter dans chaque flacon 5,00 g de modificateur de matrice (4.6) et mélanger soigneusement.

Injecter 20 µl d'un des trois mélanges dans le four en graphite, démarrer le programme et enregistrer l'absorbance. Répéter ces opérations pour les deux autres mélanges.

### 8.3.4 Analyse de l'échantillon pour essai

Peser 5,00 g d'échantillon pour essai prétraité (8.2.1) dans un flacon (5.1), ajouter 5,00 g de modificateur de matrice (4.6) et mélanger soigneusement.

Injecter 20 µl de cet échantillon pour essai prétraité dans le four en graphite, démarrer le programme et enregistrer l'absorbance.

### 8.3.5 Tracé de la courbe d'étalonnage

Tracer une courbe d'étalonnage en portant l'absorbance de chaque solution étalon de travail (8.3.3) corrigée de l'essai à blanc (8.3.2) en fonction de leur teneur respective en plomb (en milligrammes par kilogramme).

NOTE 12 Des appareils perfectionnés à étalonnage automatique peuvent être utilisés.

## 9 Expression des résultats

9.1 Mesurer la hauteur de pic sur le diagramme ou lire ce qui apparaît sur l'écran d'affichage ou l'imprimante.

9.2 À l'aide de la courbe d'étalonnage, déterminer la teneur en plomb de l'échantillon.

Exprimer le résultat en milligrammes par kilogramme.

## 10 Fidélité

La fidélité de la méthode a été déterminée par un essai interlaboratoire international organisé en 1988 par l'Union internationale de chimie pure et appliquée (IUPAC), et réalisé conformément à l'ISO 5725. 20 laboratoires ont participé à cet essai qui a porté sur des échantillons d'huile de grains de soja et de beurre de cacao.

Les valeurs retenues pour les limites de répétabilité et de reproductibilité ont été fixées au niveau de probabilité de 95 %.

## 10.1 Répétabilité

La différence absolue entre deux résultats d'essai individuels, obtenus à l'aide de la même méthode sur un matériau identique soumis à l'essai dans le même laboratoire, par le même opérateur utilisant le même appareillage et dans un court intervalle de temps, ne doit pas être supérieure à la valeur de  $r$  figurant dans le tableau 2.

Rejeter les deux résultats si la différence est supérieure à la valeur calculée de  $r$  et effectuer deux nouvelles déterminations séparées.

## 10.2 Reproductibilité

La différence absolue entre deux résultats d'essai individuels, obtenus à l'aide de la même méthode sur un matériau identique soumis à l'essai dans des laboratoires différents par des opérateurs différents utilisant des appareillages différents, ne doit pas être supérieure à la valeur de  $R$  figurant dans le tableau 2.

## 11 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit indiquer

- la méthode selon laquelle l'échantillonnage a été effectué (si elle est connue),
- la méthode utilisée,
- le(s) résultat(s) d'essai obtenu(s), et
- si la répétabilité a été vérifiée, le résultat final cité qui a été obtenu.

Il doit, en outre, mentionner tous les détails opératoires non prévus dans la présente Norme internationale, ou facultatifs, ainsi que les incidents susceptibles d'avoir agi sur les résultats.

Le rapport d'essai doit donner tous les détails nécessaires à l'identification complète de l'échantillon.

**Tableau 2 — Limites de répétabilité,  $r$  et de reproductibilité,  $R$**

Valeurs exprimées en milligrammes par kilogramme

Teneur en plomb	Échantillon	$r$	$R$
$w_{Pb} \leq 0,1$	Huile	$0,19\bar{w}_{Pb}$	$0,30\bar{w}_{Pb}$
	Graisse	$0,15\bar{w}_{Pb}$	$0,68\bar{w}_{Pb}$

NOTE —  $\bar{w}_{Pb}$  est la moyenne de deux résultats, en milligrammes par kilogramme.

**Annexe A**  
(informative)

**Bibliographie**

- [1] ISO 5555:1991, *Corps gras d'origines animale et végétale — Échantillonnage*.
- [2] ISO 5725:1986, *Fidélité des méthodes d'essai — Détermination de la répétabilité et de la reproductibilité d'une méthode d'essai normalisée par essais interlaboratoires*.

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

[ISO 12193:1994](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/20a2ab2d-c7d0-40d0-ae94-1f69f7bbf25e/iso-12193-1994)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/20a2ab2d-c7d0-40d0-ae94-1f69f7bbf25e/iso-12193-1994>

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

ISO 12193:1994

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/20a2ab2d-c7d0-40d0-ae94-1f69f7bbf25e/iso-12193-1994>

---

---

**ICS 67.200.10**

**Descripteurs:** produit agricole, produit alimentaire, corps gras animal, corps gras végétal, huile animale, huile végétale, analyse chimique, dosage, plomb, méthode par spectrométrie d'absorption atomique.

Prix basé sur 5 pages

---

---