
**Aliments des animaux — Détermination des
résidus de pesticides organo-
phosphorés — Méthode par
chromatographie en phase gazeuse**

*Animal feeding stuffs — Determination of residues of organophosphorus
pesticides — Gas chromatographic method*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 14182:1999

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d6fcf076-ad84-4298-8ff8-1de2ebf63807/iso-14182-1999>



PDF – Exonération de responsabilité

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 14182:1999](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d6fcf076-ad84-4298-8ff8-1de2ebf63807/iso-14182-1999)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d6fcf076-ad84-4298-8ff8-1de2ebf63807/iso-14182-1999>

© ISO 1999

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'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax. + 41 22 734 10 79
E-mail copyright@iso.ch
Web www.iso.ch

Imprimé en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Principe	1
4 Réactifs et matériaux	2
5 Appareillage	4
6 Échantillonnage	6
7 Préparation de l'échantillon pour essai	6
8 Mode opératoire	6
9 Expression des résultats	8
10 Confirmation d'identification	8
11 Fidélité	8
12 Rapport d'essai	9
Annexe A (informative) Exemples de conditions d'application de la chromatographie en phase gazeuse aux pesticides organo-phosphorés	10
Annexe B (informative) Résultats des essais interlaboratoires	11
Bibliographie	19

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 Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 3.

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.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments de la présente Norme internationale 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.

La Norme internationale ISO 14182 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits agricoles alimentaires*, sous-comité SC 10, *Aliments des animaux*.

Les annexes A et B de la présente Norme internationale sont données uniquement à titre d'information.

[ISO 14182:1999](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d6fcf076-ad84-4298-8ff8-1de2ebf63807/iso-14182-1999)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d6fcf076-ad84-4298-8ff8-1de2ebf63807/iso-14182-1999>

Aliments des animaux — Détermination des résidus de pesticides organo-phosphorés — Méthode par chromatographie en phase gazeuse

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination par chromatographie en phase gazeuse des résidus de pesticides organo-phosphorés dans les aliments des animaux.

La méthode est applicable aux aliments des animaux contenant des résidus d'un ou plusieurs des pesticides organo-phosphorés suivants: azinphos-éthyl, azinphos-méthyl, bromophos, carbophénothion, chlorpyrifos, chlorpyrifos-méthyl, diazinon, diméthoate, éthion, fonofos, malathion, méthidathion, parathion, parathion-méthyl, pyrimiphos-éthyl et pyrimiphos-méthyl.

La limite inférieure de détection de ces pesticides organo-phosphorés est de 0,01 µg/g.

NOTE La méthode est probablement également applicable à d'autres pesticides organo-phosphorés tels que la méthacryfos et le fénotrothion, mais elle n'a pas été validée pour ces pesticides.

2 Références normatives

Les documents normatifs suivants contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui y est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Pour les références datées, les amendements ultérieurs ou les révisions de ces publications ne s'appliquent pas. Toutefois, les parties prenantes aux accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des documents normatifs indiqués ci-après. Pour les références non datées, la dernière édition du document normatif en référence s'applique. Les membres de l'ISO et de la CEI possèdent le registre des Normes internationales en vigueur.

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

ISO 6498, *Aliments des animaux — Préparation des échantillons pour essai.*

3 Principe

Extraction d'une prise d'essai par de l'acétone. Dilution de l'extrait filtré avec de l'eau et une solution saturées de chlorure de sodium. Séparation des pesticides dans le dichlorométhane. Purification de l'extrait concentré sur une colonne chromatographique remplie de gel de silice désactivée par 10 % d'eau. Dosage chromatographique en phase gazeuse avec détecteur sélectif du phosphore.

4 Réactifs et matériaux

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de pureté convenant à l'analyse des résidus de pesticides.

Vérifier la pureté des réactifs en effectuant un essai à blanc dans les mêmes conditions que pour la méthode. Le chromatogramme ne doit révéler aucune impureté interférente.

AVERTISSEMENT — Certains solvants organiques sont soupçonnés d'être carcinogènes. Les utiliser avec précaution.

- 4.1 **Eau**, conforme au moins à la qualité 3 selon ISO 3696.
- 4.2 **Hexane**.
- 4.3 **Acétone**.
- 4.4 **Dichlorométhane**.
- 4.5 **Acétate d'éthyle**.
- 4.6 **Gel de silice**, de teneur en eau égale à 10 % (en fraction massique).

Activer le gel de silice 60, de granulométrie comprise entre 63 µm et 200 µm à 130 °C pendant toute une nuit et le refroidir dans un dessiccateur. Après refroidissement à température ambiante, verser le gel de silice dans un récipient étanche en verre et ajouter suffisamment d'eau distillée pour amener la teneur finale en eau à 10 % en masse. Agiter le récipient vigoureusement par un moyen mécanique ou à la main pendant 30 s et laisser reposer pendant 30 min en agitant de temps en temps. Les 30 min étant écoulées, le gel de silice est prêt à l'emploi. Il ne peut pas être conservé plus de 6 h.

- 4.7 **Solvant d'élution**, dichlorométhane dans de l'hexane à 50 % (en fraction volumique).

Mélanger du dichlorométhane (4.4) et de l'hexane (4.2) en volumes égaux.

- 4.8 **Gaz inerte**, par exemple azote.
- 4.9 **Sulfate de sodium**, anhydre.
- 4.10 **Solution saturée de chlorure de sodium**.
- 4.11 **Étalons de référence de pesticides**, comme suit:

- azinfos-éthyl [dithiophosphate de *O,O*-diéthyle et de *S*-(oxo-4 dihydro 3,4 benzo(e) triazine-1,2,3 yl-3) éthyle];
- azinfos-méthyl [dithiophosphate de *O,O*-diméthyle et de *S*-(oxo-4 dihydro 3,4 benzo(e) triazine-1,2,3 yl-3) méthyle];
- bromophos [thiophosphate de *O,O*-diméthyle et de *O*-(bromo-4 dichlorophényle-2,5)];
- carbophénothion [dithiophosphate de *O,O*-diéthyle et de *S*-(chlorophenyl-thiométhyle)];
- chlorpyrifos [thiophosphate de *O,O*-diéthyle et de *O*-(trichloro-3,5,6 pyridyle-2)];
- chlorpyrifos-méthyl [thiophosphate de *O,O*-diméthyle et de *O*-(trichloro-3,5,6 pyridyle-2)];
- diazinon [thiophosphate de *O,O*-diéthyle et de *O*-(isopropyl-2 méthyl-6 pyrimidyle-4)];
- diméthoate [dithiophosphate de *O,O*-diméthyle et de *S*-(méthyl carbamoyl-méthyle)];
- éthion [bis-(dithiophosphate *O,O*-diéthylique) de *S,S'*-méthylène];

- fonofos (éthyl-dithiophosphonate de *O*-éthyle et de *S*-phényle);
- malathion [(diméthoxy-thiophosphorylthio)-2 succinate d'éthyle];
- méthidathion [dithiophosphate de *S*-(méthoxy-5 oxo-2 dihydro-2,3 thiazole-1,3,4 yl-3 méthyle) et de *O,O*-diméthyle];
- parathion [thiophosphate de *O,O*-diéthyle et de *O*-(*p*-nitrophényle)];
- parathion-méthyl [thiophosphate de *O,O*-diméthyle et de *O*-(*p*-nitrophényle)];
- pyrimiphos-éthyl [thiophosphate de *O*-(diéthylamino-2 méthyl-6 pyrimidinyle-4) et de *O,O*-diéthyle];
- pyrimiphos-méthyl [thiophosphate de *O*-(diéthylamino-2 méthyl-6 pyrimidinyle-4) et de *O,O*-diméthyle].

NOTE Les noms communs et les noms chimiques (entre crochets) selon la nomenclature IUPAC, sont en accord avec l'ISO 1750 [1].

4.12 Étalon interne: tributylphosphate.

4.13 Solutions étalons de pesticides

4.13.1 Solutions mères, de concentration 1 000 µg/ml.

Préparer une solution mère de chaque pesticide étalon de référence (4.11) et de l'étalon interne (4.12) comme suit.

Peser à 0,1 mg près une quantité de pesticide étalon de référence (4.11) et d'étalon interne (4.12) qui donnera une solution titrant 1 000 µg/ml d'étalon de référence ou d'étalon interne. En pesant, observer la pureté du matériau étalon. Transférer la quantité pesée dans une fiole jaugée, dissoudre dans de l'acétate d'éthyle (4.5) et ajuster au trait avec de l'acétate d'éthyle.

Ces solutions sont stables 6 mois lorsqu'elles sont conservées à 4 °C à l'abri de la lumière.

4.13.2 Solutions intermédiaires, de concentration 10 µg/ml.

Verser à l'aide d'une pipette 1 ml de chaque solution mère (4.13.1) dans des fioles jaugées de 100 ml. Ajuster au trait avec de l'acétate d'éthyle (4.5). Ces solutions sont stables 1 mois lorsqu'elles sont conservées à 4 °C à l'abri de la lumière.

NOTE La stabilité d'étalons de pesticides convenablement conservés est bien connue. Des études ont montré que tous les étalons de pesticides purs testés sont stables pendant 15 ans lorsqu'ils sont conservés à -18 °C et que des solutions mères d'étalons de pesticides à 1 mg/kg dans le toluène sont stables pendant au moins 3 ans lorsqu'ils sont conservés à -18 °C.

La pratique suivante est recommandée pour une conservation de longue durée. Transférer des aliquotes des solutions étalons préparées dans des flacons ambrés munis de bouchons vissés doublés de PTFE. Peser les flacons et conserver à -20 °C. Pour l'utilisation, retirer un flacon du congélateur, ramener à température ambiante et peser. Si la perte de masse (due à l'évaporation) est supérieure ou égale à 10 % de la masse initiale, ne pas utiliser le flacon. Peser et recongeler les étalons mères et les solutions intermédiaires qui sont en usage pour plus d'un mois (usuellement dans des flacons de 25 ml). Sinon, les solutions d'étalons préparées (usuellement dans des flacons de 2 ml) peuvent être conservées à 4 °C et doivent être écartées après un mois.

4.13.3 Solutions de travail, de concentration 0,5 µg/ml.

Verser à l'aide d'une pipette 5 ml de chaque solution intermédiaire (4.13.2) dans des fioles jaugées de 100 ml. Ajuster au trait avec de l'acétate d'éthyle (4.5). Ces solutions sont stables 1 mois lorsqu'elles sont conservées à 4 °C à l'abri de la lumière (voir aussi 4.13.2).

4.14 Solutions d'échantillons à blanc, du même type que les échantillons analysés mais exempts de positifs, provenant des dosages précédents.

5 Appareillage

Laver la verrerie soigneusement avant usage avec un détergent exempt de substances interférentes, la rincer à l'eau puis à l'acétone et la sécher.

Éviter d'utiliser des récipients en plastique et ne pas lubrifier les robinets à la graisse de peur d'introduire des impuretés dans les solvants.

Matériel courant de laboratoire et notamment ce qui suit.

5.1 Ampoules à décanter, de 500 ml et 1 000 ml de capacités, à robinet et bouchon en polytétrafluoréthylène (PTFE).

5.2 Fioles de filtration, de 500 ml de capacité.

5.3 Entonnoir de Büchner, en porcelaine, de 90 mm de diamètre intérieur.

5.4 Tubes à essais gradués, de 10 ml de capacité, à bouchon en polytétrafluoréthylène (PTFE).

5.5 Colonne chromatographique en verre, d'environ 300 mm de long, de 8 mm à 10 mm de diamètre intérieur, à plaque frittée grossière de porosité P 100 (index de taille de pore de 40 µm à 100 µm [2]) ou bouchon en laine de verre.

5.6 Évaporateur rotatif sous vide, équipé de ballons à fond rond de 100 ml et 500 ml de capacités et d'un bain-marie à 40 °C.

5.7 Agitateur mécanique ou mélangeur à grande vitesse.

5.8 Système de chromatographie en phase gazeuse

5.8.1 Composants

ISO 14182:1999
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d6fcf076-ad84-4298-8ff8-1de2ebf63807/iso-14182-1999>

Le système doit comprendre:

- un système d'injection directe ou à boucle;
- une colonne;
- un détecteur sélectif du phosphore ou un détecteur sélectif de masse;
- un électromètre;
- un enregistreur ou intégrateur de mV;
- un logiciel de traitement de données et un système informatique.

L'injecteur, le four de colonne et le détecteur doivent chacun être équipés d'un dispositif de chauffage indépendant réglé à 0,1 °C près.

Le système de chromatographie doit être réglé et ses paramètres doivent être optimisés en fonction des caractéristiques de l'instrument utilisé.

5.8.2 Conditions

Les températures de l'injecteur et du détecteur doivent être comprises entre 220 °C et 240 °C pour le premier et 180 °C et 380 °C pour le second, suivant les instructions du fabricant.

Pour la séparation des composés organo-phosphorés sur colonne capillaire, il est recommandé de programmer la température du four de la colonne.

5.8.3 Dispositif d'injection

Un échantillonneur automatique ou un autre dispositif d'injection approprié peut être utilisé.

En cas d'injection manuelle, il est recommandé d'utiliser une microseringue de 1 µl à 5 µl de capacité munie d'une aiguille convenant au mode d'injection (directe ou à boucle).

Avant d'injecter la solution dans le chromatographe, rincer la seringue 10 fois avec le solvant pur, puis cinq fois avec la solution. Après l'injection, rincer la seringue cinq fois avec le solvant pur.

5.8.4 Colonne

Il est recommandé d'utiliser des colonnes capillaires revêtues d'une phase stationnaire de polarité nulle à moyenne, par exemple SE-30, SE-54, OV-17 ou équivalent.

Il est possible également d'utiliser des colonnes en verre standard de 2 m à 4 m de longueur et de 2 mm à 4 mm de diamètre intérieur, remplies de DC-200 à 10 % sur du Chromosorb WHP de granulométrie 0,15 mm à 0,18 mm, d'un mélange de QF1 à 2 % et de DC-200 à 1,5 % sur du Chromosorb WHP de granulométrie 0,125 mm à 1,15 mm ou toutes autres phases stationnaires et tous supports inertes recommandés pour l'analyse des résidus organo-phosphorés.

Le programme de température de la colonne doit être choisi de façon à séparer les divers composants du mélange de pesticides spécifié à l'article 1 (voir annexe A).

Toute nouvelle colonne doit être conditionnée lors de son installation pendant au moins 48 h à une température légèrement supérieure à la plus haute température de travail proposée, à l'aide d'un flux de gaz vecteur.

5.8.5 Détecteur

Détecteur sélectif du phosphore [détecteur à photométrie de flamme (FPD) ou détecteur phosphore-azote (NPD) en mode P ou détecteur de masse (MSD)] dont la limite minimale de détection est de 50 pg de composés phosphorés.

5.8.6 Gaz vecteur

Azote pur, hélium pur ou hydrogène pur.

Sécher le gaz vecteur en le faisant passer dans des pièges de tamis moléculaires de 0,5 nm préalablement activés à 350 °C pendant 4 h à 8 h et installés dans la conduite de gaz vecteur.

Réactiver les tamis moléculaires à chaque montage d'une nouvelle bouteille à gaz et aussi souvent que nécessaire.

5.8.7 Gaz auxiliaires

Utiliser de l'hydrogène et de l'air.

5.8.8 Vérification de la linéarité du système

Vérifier la linéarité du système sur 0,1 ng à 2 ng de parathion.

Préparer des solutions de travail de teneur en parathion comprises entre 0,05 µg/ml et 1,0 µg/ml. En injecter 2 µl.

Tracer un graphique de la taille des pics (aire ou hauteur) en fonction de la masse, en nanogrammes, de parathion injecté. La courbe doit être une droite passant par l'origine. Si tel n'est pas le cas, déterminer la plage de concentration à l'intérieur de laquelle le détecteur présente une réponse linéaire.

6 Échantillonnage

L'échantillonnage ne fait pas partie de la méthode spécifiée dans la présente Norme internationale. Une méthode d'échantillonnage recommandée figure dans l'ISO 6497 [3].

Il est important que le laboratoire reçoive un échantillon vraiment représentatif et qui n'a été ni endommagé ni modifié pendant le transport ou le stockage.

7 Préparation de l'échantillon pour essai

Préparer l'échantillon pour essai conformément à l'ISO 6498.

Broyer une portion d'échantillon de laboratoire bien mélangé (produits sec ou à faible taux d'humidité comme des céréales et produits céréaliers, des graines et farines oléagineuses, des aliments composés, du foin, etc.) de façon qu'elle passe entièrement à travers les mailles d'un tamis de 1 mm d'ouverture. Bien homogénéiser.

Hacher les produits à forte humidité (par exemple herbe, fourrage ensilé, etc.) et les mélanger soigneusement pour obtenir des échantillons homogènes.

8 Mode opératoire

8.1 Généralités

Soumettre aux opérations indiquées ci-dessous l'échantillon pour essai préparé (voir article 7) ainsi qu'un échantillon à blanc (4.14) ayant une matrice du même type que l'échantillon à analyser.

8.2 Prise d'essai

Peser, à 0,1 g près, dans une fiole conique de 1 000 ml, 50 g de l'échantillon pour essai préparé (voir article 7) si les produits sont secs ou faiblement humides, ou 100 g de celui-ci si les produits sont très humides.

8.3 Extraction

Ajouter à la prise d'essai suffisamment d'eau (4.1) pour obtenir une quantité totale d'eau d'environ 100 g. Laisser l'échantillon s'imprégner environ 5 min. Ajouter 200 ml d'acétone (4.3). Fermer la fiole hermétiquement et agiter pendant 2 h sur un agitateur mécanique ou homogénéiser pendant 2 min dans un mélangeur à grande vitesse.

Filtrer la suspension par aspiration dans un entonnoir de Büchner (5.3) rempli de papier-filtre de porosité moyenne, au-dessus d'une fiole de filtration de 500 ml (5.2). Laver la fiole conique ou le bol du mélangeur ainsi que le résidu restant sur le papier-filtre avec 2 fois 25 ml d'acétone. Recueillir les portions de lavage dans la même fiole de filtration (5.2).

Transvaser le filtrat dans une ampoule à décanter de 1 000 ml. Laver la fiole de filtration (5.2) avec 100 ml de dichlorométhane (4.4) et transvaser le tout dans l'ampoule à décanter. Ajouter 250 ml d'eau et environ 50 ml de solution saturée de chlorure de sodium (4.10) dans l'ampoule à décanter. Boucher et agiter pendant 2 min.

Laisser les phases se séparer et soutirer la phase inférieure (dichlorométhane) dans une ampoule à décanter de 500 ml. Répéter l'opération deux fois avec 50 ml de dichlorométhane (4.4) et combiner les extraits dans la même ampoule de 500 ml.

Laver l'extrait de dichlorométhane avec deux portions de 100 ml d'eau et jeter les eaux de lavage.

Filtrer au-dessus du ballon de 500 ml de l'évaporateur sous vide l'extrait de dichlorométhane sur un papier-filtre contenant environ 20 g de sulfate de sodium (4.9). Rincer l'ampoule à décanter et le sulfate de sodium avec deux portions de 10 ml de dichlorométhane et ajouter au ballon.

Concentrer la solution sous vide, à environ 2 ml, à une température ne dépassant pas 40 °C. Transférer la solution dans un tube gradué avec 1 à 2 ml d'hexane (4.2) et concentrer sous azote jusqu'à environ 1 ml.

Ne pas aller à siccité au risque de perdre des pesticides par suite de leur volatilité ou de leur médiocre solubilité.

8.4 Purification sur colonne

8.4.1 Préparation de la colonne

Transvaser 5 g de gel de silice (4.6) désactivé par 10 % d'eau dans une colonne de chromatographie en verre (5.5). Ajouter 5 g de sulfate de sodium anhydre (4.9) au-dessus du gel de silice. Laver la colonne préparée avec 20 ml d'hexane (4.2).

NOTE Il est possible de remplacer la colonne de gel de silice par des cartouches de silice ou de florisil prêtes à l'emploi (par exemple Millipore-SEP PAK) après avoir vérifié leur rendement et l'absence d'interférences.

8.4.2 Purification

Transférer quantitativement l'extrait concentré (8.3) sur le dessus de la colonne (8.4.1) à l'aide de portions d'hexane (4.2) de 1 ml à 2 ml.

Éluer les pesticides organo-phosphorés avec 50 ml de solvant d'éluion (4.7) et recueillir l'éluat dans le ballon de 100 ml de l'évaporateur sous vide.

Concentrer l'éluat de la même manière qu'en 8.3 mais en remplaçant l'hexane par de l'acétate d'éthyle (4.5) et diluer la solution finale à 10 ml avec de l'acétate d'éthyle pour chromatographie.

En cas d'utilisation de la méthode avec étalon interne, ajouter 0,5 ml de la solution intermédiaire de tributylphosphate (4.13.2) à l'extrait final avant de diluer à 10 ml avec l'acétate d'éthyle.

Conserver l'extrait de blanc pour préparer la solution d'étalonnage de référence (8.5).

8.5 Chromatographie en phase gazeuse

Équilibrer le système de chromatographie en phase gazeuse dans les conditions de travail recommandées (5.8). Injecter 1 µl à 2 µl de la solution étalon de travail (4.13.3) puis le même volume d'extrait d'échantillon (8.4.2). Diluer l'extrait d'échantillon si nécessaire.

Identifier les pics des différents pesticides en fonction de leur temps de rétention.

Déterminer les quantités de pesticides en comparant la taille des pics de l'échantillon à celle des pics correspondants des pesticides de quantité connue dans la solution étalon de travail.

Si les résultats correspondent aux limites maximales de résidus (LMR) ou les dépassent, préparer une solution d'étalonnage de référence en ajoutant à l'extrait du blanc des quantités appropriées de solutions intermédiaires (4.13.2) des pesticides identifiés dans la solution échantillon de telle manière que la taille des pics de cette solution de référence corresponde à ± 25 % près à la taille des pics de la solution échantillon. Porter le volume à 10 ml avec de l'acétate d'éthyle (4.5). Injecter dans la colonne chromatographique un volume correspondant au volume de la solution échantillon.

Déterminer la quantité de pesticides en comparant la taille des pics de l'échantillon à celle des pics des pesticides correspondants de quantité connue dans la solution d'étalonnage de référence.