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

*Animal and vegetable fats and oils — Determination of cadmium content by
direct graphite furnace atomic absorption spectrometry*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 15774:2000

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6899d15c-bc31-4a96-824d-958d52fe271a/iso-15774-2000>



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 15774:2000](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6899d15c-bc31-4a96-824d-958d52fe271a/iso-15774-2000)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6899d15c-bc31-4a96-824d-958d52fe271a/iso-15774-2000>

© ISO 2000

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

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 15774 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 15774:2000](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6899d15c-bc31-4a96-824d-958d52fe271a/iso-15774-2000)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6899d15c-bc31-4a96-824d-958d52fe271a/iso-15774-2000>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 15774:2000

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6899d15c-bc31-4a96-824d-958d52fe271a/iso-15774-2000>

Corps gras d'origines animale et végétale — Détermination de la teneur en cadmium par spectrométrie d'absorption atomique à four graphite

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale décrit une méthode de détermination des traces de cadmium (microgrammes par kilogramme) dans tous les types de corps gras alimentaires, qu'ils soient raffinés ou bruts.

2 Référence normative

Le document normatif suivant contient 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 l'édition la plus récente du document normatif indiqué 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*.
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6899d15c-bc31-4a96-824d-958d52fe271a/iso-15774-2000>

3 Principe

Pyrolyse puis atomisation d'un corps gras dans un four graphite muni d'une plate-forme et associé à un spectrophotomètre d'absorption atomique préalablement étalonné à l'aide de solutions étalons d'un composé organique de cadmium. Dosage du métal à partir de l'absorption observée à une longueur d'onde de 228,8 nm. Utilisation de palladium comme modificateur de matrice pour éviter les pertes de cadmium lors du traitement thermique préalable.

4 Réactifs

Sauf indication contraire, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue.

- 4.1 **Eau**, de qualité 1, conforme aux spécifications de l'ISO 3696.
- 4.2 **Cyclohexane**.
- 4.3 **Acide chlorhydrique**.
- 4.4 **Chlorure de palladium**.
- 4.5 **Modificateur de matrice**, solution de palladium à 0,1 % (masse par volume).

Dissoudre 0,167 g de chlorure de palladium (4.4) dans 50 ml d'eau (4.1) dans une fiole jaugée de 100 ml (5.4) puis ajouter 1 ml d'acide chlorhydrique (4.3) et compléter au trait-repère avec de l'eau.

4.6 Huile végétale, raffinée.

N'importe quelle huile alimentaire liquide convient. La conserver dans un flacon en polyéthylène exempt de métaux. La teneur en cadmium de l'huile ne doit pas être supérieure à 0,2 µg/kg.

4.7 Étalon organométallique de cadmium (par exemple Conostan, 5 000 mg/kg)¹⁾.

4.8 Solution étalon mère, ayant une concentration de 10 mg/kg de cadmium, préparée en diluant 200 mg d'étalon organométallique (4.7) avec 100 g d'huile végétale (4.6).

4.9 Solutions étalons de travail.

Préparer chaque jour des solutions de travail contenant 2,5 µg/kg, 5,0 µg/kg et 10,0 µg/kg de cadmium, en diluant respectivement 25 mg, 50 mg et 100 mg de la solution mère (4.8) avec 100 g d'huile végétale (4.6).

4.10 Argon, de pureté minimale 99,99 %.

5 Appareillage

5.1 Flacons en polyéthylène ou polypropylène, de 20 ml et 50 ml de capacités, munis de bouchons, et exempts de métaux

Pour rendre les flacons exempts de métaux, procéder de la façon suivante. Nettoyer soigneusement les flacons avec une solution chaude d'acide nitrique (2 mol/l), les rincer à l'eau distillée puis les sécher dans une étuve hors poussières à environ 80 °C.

5.2 Micropipettes, permettant de délivrer 10 µl et 20 µl.

5.3 Embouts de micropipettes.

[ISO 15774:2000](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6899d15c-bc31-4a96-824d-958d52fe271a/iso-15774-2000)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6899d15c-bc31-4a96-824d-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6899d15c-bc31-4a96-824d-958d52fe271a/iso-15774-2000)

5.4 Fiole jaugée, de 100 ml de capacité. [958d52fe271a/iso-15774-2000](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6899d15c-bc31-4a96-824d-958d52fe271a/iso-15774-2000)

5.5 Four électrique, réglé à 60 °C ± 2 °C.

5.6 Spectromètre d'absorption atomique, équipé des modes "surface de pic" et "étalonnage automatique" ainsi que d'une lampe à décharge sans électrode (ou une lampe à cathode creuse) et d'un correcteur de fond au deutérium (ou spectromètre d'absorption atomique Zeeman).

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

5.8 Tube en graphite, non revêtu.

5.9 Plate-forme en carbone, pyrolytique.

5.10 Échantillonneur automatique, pour l'atomiseur à four graphite (facultatif) avec godets d'échantillonnage en polyéthylène

Pour utiliser un échantillonneur automatique avec dispositif chauffant, réglé à 60 °C ± 10 °C, remplir les godets d'échantillonnage avec l'huile végétale (4.6), les solutions étalons de travail (4.9) et les échantillons de corps gras.

1) Conostan est l'appellation commerciale d'un produit distribué par (Continental Oil Company, Ponca City, Oklahoma, USA). 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 produit ainsi désigné. Des produits équivalents peuvent être utilisés s'il est démontré qu'ils conduisent aux mêmes résultats.

Les échantillons de corps gras dont le point de fusion est égal ou supérieur à 40 °C doivent être dilués à 1:1 (en masse) avec l'huile d'essai à blanc (4.6). Le volume d'échantillon injecté doit être de 15 µl.

Pour utiliser un échantillonneur automatique sans dispositif chauffant, diluer à 1:1 (masse par volume) l'huile végétale (4.6), les solutions étalons de travail (4.9) et les échantillons de corps gras avec un solvant organique [par exemple cyclohexane (4.2)] et travailler à la température ambiante. Le volume d'échantillon injecté doit être de 20 µl.

Il est nécessaire d'utiliser un solvant organique, [par exemple cyclohexane (4.2)], pour rincer l'échantillonneur automatique.

6 Mode opératoire

NOTE La poussière présente dans l'environnement peut contribuer à une contamination de fond. Il est donc recommandé de réaliser les analyses dans un endroit à l'abri de la poussière.

6.1 Traitement des échantillons, de l'huile végétale et des solutions étalons

6.1.1 Placer tous les échantillons, les solutions étalons de travail (4.9) et l'huile végétale (4.6) dans le four (5.5), réglé à 60 °C.

Si l'on utilise un échantillonneur automatique, diluer à 1:1 (masse par volume) toutes les solutions (huile végétale, solution mère, échantillons) avec un solvant approprié (par exemple, le cyclohexane; voir 5.10). Bien homogénéiser avant de verser les solutions dans les récipients de l'échantillonneur automatique.

6.1.2 Agiter vigoureusement les échantillons. Si la teneur en métaux d'un échantillon sort des limites données (4.9), diluer (en masse) avec l'huile végétale (4.6).

6.2 Préparation de l'appareillage

6.2.1 Mettre en marche le spectromètre d'absorption atomique et le correcteur de fond (deuterium ou Zeeman).

6.2.2 Conformément aux instructions du fabricant accompagnant le spectromètre, procéder au réglage du courant de lampe, de la fente, de la longueur d'onde et de l'amplification. La longueur d'onde requise est 228,8 nm.

6.2.3 Optimiser la position de l'atomiseur à four graphite (5.7) dans le spectromètre d'absorption atomique (5.6) et régler le programme requis sur l'unité de commande du four. Placer la plate-forme (5.9) dans le tube en graphite (5.8).

6.2.4 Avant chaque injection de l'échantillon, prétraiter l'embout de la pipette (5.3) en pipettant puis en rejetant 10 µl de cyclohexane (4.2).

6.3 Détermination

6.3.1 Essai à blanc du tube en graphite

Enregistrer l'absorption, si elle existe, du tube en graphite (5.8) et faire correspondre la valeur obtenue à zéro.

6.3.2 Huile végétale

À l'aide d'une micropipette (5.2) ou d'un échantillonneur automatique (5.10), injecter 20 µl de modificateur de matrice (4.5) dans le four graphite (5.7) et lancer le programme de température du modificateur (étape 1; voir Tableau 1). Injecter 10 µl d'huile végétale (4.6) dans le four graphite, lancer le programme de température (étapes 1 à 4) et noter l'absorption (pour l'échantillonneur automatique, voir 5.10).

Tableau 1 — Exemple de programme pour l'atomiseur à four graphite

Étape	Température °C	Durée de montée en température s	Durée de palier à température s	Débit de gaz interne ml/min
Injection du modificateur de matrice				
1	200	30	30	300
Injection de l'échantillon d'huile				
0 ^a	60	0	20	0
1	200	30	30	300
2	650	60	40	300
3	1 600	0	5	0
4	2 700	1	3	50

^a Étape supplémentaire du programme de température pour les corps gras ayant un point de fusion supérieur à 40 °C.

6.3.3 Étalonnage de l'appareillage

À l'aide d'une micropipette (5.2), injecter 20 µl de modificateur de matrice (4.5) dans le four graphite (5.7) et lancer le programme de température du modificateur (étape 1). Injecter 10 µl de la première des trois solutions étalons de travail préparé conformément à 4.9 dans le four graphite. Lancer le programme de température (étapes 1 à 4). Poursuivre en opérant de la même façon avec la seconde et la troisième solution de travail. Étalonner le spectromètre conformément au mode opératoire de l'appareil utilisé (pour l'échantillonneur automatique, voir 5.10). Tracer la courbe d'étalonnage.

6.3.4 Échantillons d'huile (liquides)

À l'aide d'une micropipette (5.2), injecter 20 µl de modificateur de matrice (4.5) dans le four graphite (5.7) et lancer le programme de température du modificateur (étape 1). Injecter 10 µl de l'échantillon d'huile dans le four graphite, lancer le programme de température (étapes 1 à 4) et noter la concentration conformément au mode opératoire de l'appareil utilisé (pour l'échantillonneur automatique, voir 5.10).

6.3.5 Échantillons de corps gras (point de fusion 40 °C et au-dessus)

Ajouter une étape supplémentaire au programme de température, avec une température de 60 °C, une durée de palier de température de 20 s, et un débit de gaz interne de 0 ml/mm. À l'aide d'une micropipette (5.2), injecter 20 µl de modificateur de matrice (4.5) dans le four graphite (5.7) et lancer le programme de température du modificateur. À la première étape du programme (étape 0 du Tableau 1), injecter 10 µl de corps gras fondu dans le four graphite en maintenant l'embout dans l'ouverture d'injection pour liquéfier le corps gras, puis injecter. Noter la concentration conformément au mode opératoire de l'appareil utilisé (pour l'échantillonneur automatique, voir 5.10).

6.3.6 Nombre de déterminations

Réaliser deux déterminations rapidement l'une après l'autre.

7 Expression des résultats

La concentration mesurée s'exprime en microgrammes par kilogramme. Prendre comme résultat final la moyenne des deux déterminations.

8 Fidélité

8.1 Essai interlaboratoires

Les détails d'un essai interlaboratoires relatif à la fidélité de la méthode sont résumés en annexe A. Les valeurs dérivées de cet essai peuvent ne pas s'appliquer aux plages de concentrations ou matrices autres que celles données.

8.2 Répétabilité

La différence absolue entre deux résultats d'essai individuels indépendants, 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, dans 5 % des cas ne doit pas être supérieure à:

- 1,1 µg/kg lorsque la moyenne des deux résultats se trouve entre 2 µg/kg et 8 µg/kg pour les échantillons d'huile;
- 1,7 µg/kg lorsque la moyenne des deux résultats se trouve entre 3 µg/kg et 7 µg/kg pour les échantillons de corps gras.

8.3 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, dans 5 % des cas ne doit pas être supérieure à:

- 2,9 µg/kg lorsque la moyenne des deux résultats se trouve entre 2 µg/kg et 8 µg/kg pour les échantillons d'huile;
- 2,6 µg/kg lorsque la moyenne des deux résultats se trouve entre 3 µg/kg et 7 µg/kg pour les échantillons de corps gras.

9 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit indiquer :

- tous les renseignements nécessaires à l'identification complète de l'échantillon;
- la méthode selon laquelle l'échantillonnage a été effectué, si elle est connue;
- la méthode d'essai utilisée, avec référence à la présente Norme internationale;
- tous les détails opératoires non prévus dans la présente Norme internationale, ou considérés comme facultatifs, ainsi que les détails sur les incidents éventuels susceptibles d'avoir agi sur le(s) résultat(s) d'essai;
- le(s) résultat(s) d'essai obtenu(s) ou, si la répétabilité a été vérifiée, le résultat final cité qui a été obtenu.