

---

---

**Corps gras d'origines animale et  
végétale — Dosage des hydrocarbures  
halogénés à bas point d'ébullition dans  
les huiles comestibles**

*Animal and vegetable fats and oils — Determination of low-boiling  
halogenated hydrocarbons in edible oils*

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

[ISO 16035:2003](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/923074f9-cbf7-4cb0-a408-0b76b7875fcc/iso-16035-2003)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/923074f9-cbf7-4cb0-a408-0b76b7875fcc/iso-16035-2003>



**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 16035:2003](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/923074f9-cbf7-4cb0-a408-0b76b7875fcc/iso-16035-2003)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/923074f9-cbf7-4cb0-a408-0b76b7875fcc/iso-16035-2003>

© ISO 2003

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 22 749 09 47  
E-mail [copyright@iso.org](mailto:copyright@iso.org)  
Web [www.iso.org](http://www.iso.org)

Publié en Suisse

## Sommaire

Page

Avant-propos .....	iv
1 <b>Domaine d'application</b> .....	1
2 <b>Références normatives</b> .....	1
3 <b>Termes et définitions</b> .....	1
4 <b>Principe</b> .....	1
5 <b>Réactifs et matières</b> .....	2
6 <b>Appareillage</b> .....	3
7 <b>Échantillonnage</b> .....	5
8 <b>Préparation des échantillons</b> .....	5
8.1 <b>Généralités</b> .....	5
8.2 <b>Solutions pour essai</b> .....	5
8.3 <b>Solutions d'étalonnage</b> .....	5
8.4 <b>Échantillon à blanc</b> .....	5
9 <b>Mode opératoire</b> .....	6
9.1 <b>Conditions de la chromatographie en phase gazeuse</b> .....	6
9.2 <b>Chromatographie en phase gazeuse</b> .....	6
10 <b>Calcul et expression des résultats</b> .....	7
10.1 <b>Détermination des rapports à partir du mesurage de l'échantillon et de l'étalon interne</b> .....	7
10.2 <b>Calcul de la régression à partir des solutions d'étalonnage</b> .....	7
10.3 <b>Calcul de la teneur en hydrocarbures halogénés</b> .....	8
11 <b>Fidélité</b> .....	8
11.1 <b>Essai interlaboratoires</b> .....	8
11.2 <b>Répétabilité</b> .....	8
11.3 <b>Reproductibilité</b> .....	8
12 <b>Rapport d'essai</b> .....	8
<b>Annexe A (informative) Résultats d'un essai interlaboratoires</b> .....	9
<b>Bibliographie</b> .....	12

## 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 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. 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 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.

L'ISO 16035 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits alimentaires*, sous-comité SC 11, *Corps gras d'origines animale et végétale*. (standards.iteh.ai)

ISO 16035:2003  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/923074f9-cbf7-4cb0-a408-0b76b7875fcc/iso-16035-2003>

# Corps gras d'origines animale et végétale — Dosage des hydrocarbures halogénés à bas point d'ébullition dans les huiles comestibles

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode pour le dosage des hydrocarbures halogénés à bas point d'ébullition selon la technique de l'espace de tête statique couplé à une chromatographie en phase gazeuse. Les solvants hydrocarbonés halogénés sont des composés toxiques omniprésents. La méthode est applicable à tous les corps gras et huiles comestibles pour le dosage de ces composés dans la plage comprise entre 0,01 mg/kg et 0,2 mg/kg.

## 2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application 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 661:1989, *Corps gras d'origines animale et végétale — Préparation de l'échantillon pour essai*  
[ISO 16035:2003](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/923074f9-cbf7-4cb0-a408-0b76b7875fcc/iso-16035-2003)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/923074f9-cbf7-4cb0-a408-0b76b7875fcc/iso-16035-2003>

## 3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

### 3.1

#### teneur en hydrocarbures halogénés

teneur en hydrocarbures halogénés à bas point d'ébullition dans les produits, déterminée selon la méthode spécifiée dans la présente Norme internationale

NOTE 1 La teneur en hydrocarbures halogénés est exprimée en milligrammes par kilogramme.

NOTE 2 Pour les besoins de la présente Norme internationale, le terme «hydrocarbures halogénés à bas point d'ébullition» inclut notamment ceux spécifiés en 5.1.

## 4 Principe

Les teneurs en hydrocarbures halogénés de l'échantillon pour essai sont déterminées selon la technique de l'espace de tête statique, réalisée avec ou sans appareil d'injection automatisé, suivie d'une chromatographie en phase gazeuse d'une partie aliquote de la phase gazeuse prélevée au-dessus de l'échantillon pour essai chauffé. Une colonne capillaire est utilisée pour la séparation et la détection s'effectue à l'aide d'un détecteur à capture d'électrons. Un étalon interne est utilisé pour obtenir une évaluation quantitative. Aux fins d'étalonnage, des courbes d'étalonnage sont obtenues en ajoutant diverses solutions d'étalonnage d'hydrocarbures halogénés à un échantillon à blanc.

## 5 Réactifs et matières

**AVERTISSEMENT** — L'attention est attirée sur les réglementations qui régissent la manipulation de matières dangereuses. Des mesures de sécurité techniques, organisationnelles et individuelles doivent être respectées.

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

**5.1 Substances de référence**, de pureté appropriée, requises en fonction de la nature et du nombre de composants à doser, par exemple celles qui suivent.

**5.1.1 1,1,1-Trichloroéthane**, masse volumique = 1,34 g/ml.

**5.1.2 Tétrachlorométhane**, masse volumique = 1,59 g/ml.

**5.1.3 1,1,2-Trichloroéthène**, masse volumique = 1,46 g/ml.

**5.1.4 Tétrachloroéthène**, masse volumique = 1,63 g/ml.

**5.1.5 2-Bromo-1-chloropropane** (étalon interne), masse volumique = 1,54 g/ml.

**5.1.6 Dichlorométhane** (chlorure de méthylène), masse volumique = 1,32 g/ml.

**5.1.7 Trichlorométhane** (chloroforme), masse volumique = 1,47 g/ml.

**5.1.8 Bromodichlorométhane**, masse volumique = 1,98 g/ml.

**5.1.9 Dibromochlorométhane**, masse volumique = 2,45 g/ml.

**5.1.10 Tribromométhane** (bromoforme), masse volumique = 2,89 g/ml.

**5.1.11 1,1,2-Trichloro-1,2,2-trifluoroéthane**, masse volumique = 1,57 g/ml.

**5.2 Isooctane**, convenant pour l'analyse des haloformes. Contrôler la teneur en hydrocarbures halogénés de l'isooctane.

**5.3 Azote** (très pur), **hélium** ou **hydrogène**, pour servir de gaz vecteur.

**5.4 Argon/méthane** ou **azote**, pour servir de gaz de purge pour le détecteur à capture d'électrons.

À utiliser conformément aux instructions fournies par le fabricant.

**5.5 Solutions mères d'hydrocarbures halogénés.**

À l'aide d'une seringue à injection, ajouter 10 µl de chacune des substances de référence (5.1) à être dosées dans une fiole jaugée de 100 ml contenant 40 ml d'isooctane, puis compléter au trait de jauge. Toutefois, n'ajouter que 5 µl de tétrachlorométhane car sa sensibilité de détection est très élevée, mais ajouter 500 µl de dichlorométhane car sa sensibilité de détection est très basse.

Ces solutions mères contiennent:

— 1,1,1-trichloroéthane:	13,40 mg/100 ml,
— tétrachlorométhane:	7,95 mg/100 ml,
— 1,1,2-trichloroéthène:	14,60 mg/100 ml,
— tétrachloroéthène:	16,30 mg/100 ml,

— dichlorométhane:	660,00 mg/100 ml,
— trichlorométhane:	14,70 mg/100 ml,
— bromodichlorométhane:	19,80 mg/100 ml,
— dibromochlorométhane:	24,50 mg/100 ml,
— tribromométhane:	28,90 mg/100 ml,
— 1,1,2-trichloro-1,2,2-trifluoroéthane:	15,70 mg/100 ml.

### 5.6 Solutions étalons I, II, III et IV d'hydrocarbures halogénés.

Utiliser la solution mère (5.5) pour préparer les solutions étalons (I, II, III, IV) de concentration appropriée, en ajoutant, par exemple, 200 µl, 400 µl, 1 000 µl et 2 000 µl de solution mère dans des fioles jaugées de 10 ml contenant une petite quantité d'isooctane et compléter au trait de jauge avec de l'isooctane.

L'étalon interne (5.7) peut également être ajouté aux solutions étalons d'hydrocarbures halogénés.

### 5.7 Solution étalon interne (solution de 2-bromo-1-chloropropane).

À l'aide d'une seringue d'injection, ajouter 200 µl de 2-bromo-1-chloropropane à une petite quantité d'isooctane dans une fiole jaugée de 50 ml et compléter au trait de jauge avec de l'isooctane (concentration en masse = 308 mg/50 ml).

Afin d'obtenir une dilution appropriée, ajouter 400 µl de la solution ci-dessus à une petite quantité d'isooctane dans une fiole jaugée de 10 ml et compléter au trait de jauge avec de l'isooctane. La concentration en masse de cette solution est de 2,464 mg/10 ml.

### 5.8 Échantillon à blanc de réactif

Utiliser une huile aussi exempte que possible d'hydrocarbures halogénés.

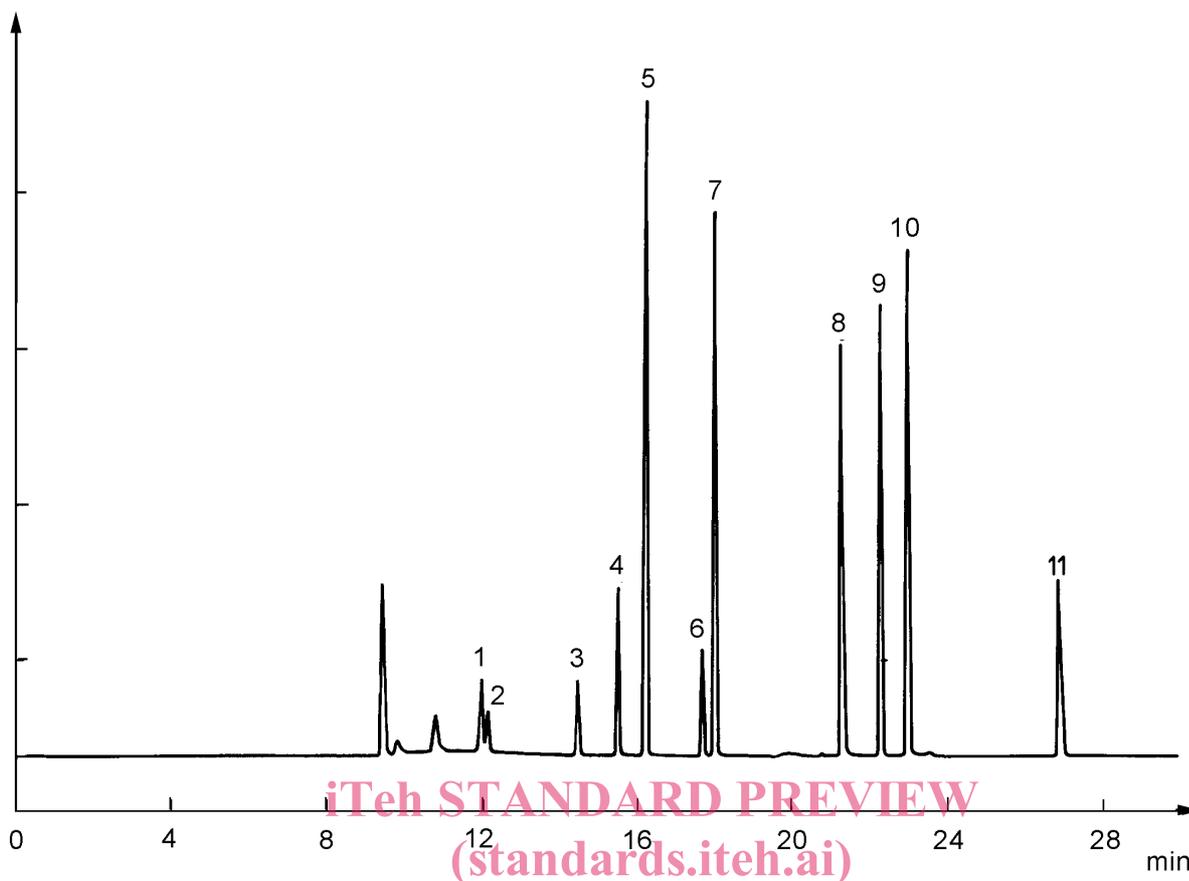
## 6 Appareillage

**6.1 Chromatographe en phase gazeuse**, pouvant être équipé d'une colonne capillaire et muni d'un détecteur à capture d'électrons et, si possible, d'un injecteur automatique à espace de tête. L'appareil de conditionnement thermique utilisé pour les flacons pour injection doit permettre de travailler à une température de 80 °C.

Il est utile de disposer d'un dispositif de chauffage permettant de travailler jusqu'à 110 °C lors de la détermination de la teneur en hydrocarbures halogénés des corps gras et huiles comestibles, car il est alors possible d'atteindre des sensibilités plus élevées. Il est en outre conseillé d'utiliser un appareil permettant d'établir une durée de conditionnement thermique constante pour tous les échantillons.

**6.2 Colonne capillaire à faible polarité en verre ou en quartz**, dont la résolution doit être suffisamment élevée pour permettre de séparer toutes les substances présentées sur le chromatogramme de la Figure 1.

**NOTE** Une colonne en silice fondue de 50 m de longueur et de 0,32 mm de diamètre intérieur, revêtue de SE 54 réticulé, épaisseur de film de 1 µm, s'est avérée adéquate.



**Identification des pics**

- |   |                                       |    |  |
|---|---------------------------------------|----|--|
| 1 | dichlorométhane                       | 7  | bromodichlorométhane                     |
| 2 | 1,1,2-trichloro-1,2,2-trifluoroéthane | 8  | 2-bromo-1-chloropropane (étalon interne) |
| 3 | trichlorométhane                      | 9  | dibromochlorométhane                     |
| 4 | 1,1,1-trichloroéthane                 | 10 | tétrachloroéthène                        |
| 5 | tétrachlorométhane                    | 11 | tribromométhane (bromoforme)             |
| 6 | 1,1,2-trichloroéthène                 |    |  |

NOTE Les conditions opératoires sont données en 9.1.

**Figure 1 — Chromatogramme des substances de référence (voir 6.2)**

**6.3 Flacons pour injection**, de 10 ml ou 25 ml de capacité, comportant des fermetures étanches aux gaz et des septums avec une face en PTFE.

Vérifier si les flacons pour injection et les fermetures dégagent des hydrocarbures halogénés et les conserver dans un conteneur fermé hermétiquement. Veiller tout particulièrement à assurer une bonne étanchéité si les durées de conditionnement thermique sont longues. Les fuites sont indiquées par des variations des aires de pic de l'étalon interne.

**6.4 Microseringues**, de 10 µl, 50 µl et 100 µl de capacité.

**6.5 Seringue d'injection étanche aux gaz**, de 2,5 ml de capacité, comportant une aiguille de grand diamètre à orifice latéral pour injections manuelles à partir de l'espace de tête.

**6.6 Bain chauffant ou bloc en aluminium**, comportant des dispositifs de fixation des flacons pour injection (6.3), maintenu par thermostat à 80 °C.

Il est recommandé d'utiliser du glycérol comme fluide de chauffage pour assurer un fonctionnement continu dans un bain chauffant.

## 7 Échantillonnage

Il est important que le laboratoire reçoive un échantillon réellement représentatif, n'ayant pas été endommagé ou modifié pendant le transport ou l'entreposage.

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

Pendant la période s'écoulant entre l'échantillonnage et les analyses, conserver l'échantillon de façon à empêcher toute modification de sa teneur en hydrocarbures halogénés.

## 8 Préparation des échantillons

### 8.1 Généralités

Étant donnée que les hydrocarbures sont souvent présents dans l'atmosphère du laboratoire et que l'appareillage de laboratoire en est fréquemment contaminé, il est difficile de les soumettre à essai pour rechercher des concentrations traces. C'est pourquoi des mesures doivent être prises pour garantir que la contamination est maintenue aussi basse que possible à tous les stades de l'analyse. En outre, les échantillons à blanc (5.8) doivent être analysés avec chaque série d'essais (voir 8.4).

### 8.2 Solutions pour essai

Peser en double, à 1,0 mg près, environ 4 g d'huile et les introduire dans deux flacons pour injection (6.3). Après avoir fermé les flacons, ajouter, à l'aide d'une microseringue (6.4), 10 µl de solution d'étalon interne (5.7) et 10 µl d'isooctane (5.2) à l'échantillon. Agiter le flacon avec précaution sans mouiller les bouchons.

### 8.3 Solutions d'étalonnage

ISO 16035:2003

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/923074f9-cbf7-4cb0-a408-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/923074f9-cbf7-4cb0-a408-10b75b787558/iso-16035-2003)

**8.3.1** Pour chaque série d'échantillons, préparer une série d'étalonnage en utilisant une huile comestible appropriée (voir 8.3.2) et les solutions étalons spécifiées en 5.6. Procéder à une détermination en double pour chacune des quatre concentrations de référence. Préparer les solutions d'étalonnage comme décrit en 8.2, mais, au lieu d'ajouter 10 µl de solvant (isooctane), ajouter 10 µl de la solution étalon correspondante [10 µl des solutions étalons I, II, III et IV équivalent à l'adjonction de 20 ng, 40 ng, 100 ng ou 200 ng multipliés par la valeur absolue de la masse volumique de l'hydrocarbure halogéné respectif (voir 5.1.1 à 5.1.11)]. Toutefois, dans le cas du tétrachlorométhane, multiplier par un facteur de 0,5 et, dans le cas du dichlorométhane, multiplier par un facteur de 50 (voir 5.5).

**8.3.2** Pour la série d'étalonnage, utiliser une huile comestible aussi exempte d'hydrocarbures halogénés que possible. Il sera donc nécessaire de garder en stock un échantillon d'huile comestible appropriée ou d'analyser d'abord les solutions d'échantillon pour essai, puis de sélectionner un échantillon d'huile comestible appropriée pour préparer la série d'étalonnage. Si l'échantillon utilisé pour la série d'étalonnage n'a pas encore été examiné en tant que partie de la série d'échantillons pour essai, il doit être soumis à essai, tel quel, en double.

### 8.4 Échantillon à blanc

En vue de l'essai pour la recherche d'une contamination, procéder également, pour chaque série d'échantillons, à une injection à partir d'un flacon d'injection normalement scellé mais ne contenant pas d'échantillon.