
**Lait et produits laitiers — Détermination
des résidus de composés organochlorés
(pesticides) —**

Partie 1:
**Considérations générales et méthodes
d'extraction**

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

*Milk and milk products — Determination of residues of organochlorine
compounds (pesticides) —*

Part 1: General considerations and extraction methods

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8fda901e-3f58-43f2-b044-7c67953ef820/iso-3890-1-2000>



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 3890-1:2000

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8fda901e-3f58-43f2-b044-7c67953ef820/iso-3890-1-2000>

© 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 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.ch
Web www.iso.ch

Imprimé en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos.....	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	2
3 Terme et définition	2
4 Principe	2
4.1 Extraction	2
4.2 Purification	2
4.3 Détermination	2
4.4 Confirmation	2
5 Exigences relatives aux réactifs et aux matériaux	3
5.1 Généralités	3
5.2 Contrôle de pureté des réactifs	3
6 Exigences relatives à l'appareillage	4
6.1 Généralités	4
6.2 Appareil de chromatographie en phase gazeuse	5
7 Échantillonnage	6
8 Préparation des échantillons pour essai	6
8.1 Lait	6
8.2 Lait en poudre	6
8.3 Lait concentré sucré	6
8.4 Produits laitiers en poudre	7
8.5 Beurre et matière grasse laitière	7
8.6 Fromage	7
8.7 Autres produits laitiers	7
9 Mode opératoire	7
9.1 Généralités	7
9.2 Extraction	7
9.3 Purification	7
10 Essais préliminaires	8
11 Détermination quantitative	8
12 Essais de confirmation	8
13 Évaluation des résultats	8
13.1 Calcul des résultats	8
13.2 Présentation et expression des résultats	9
14 Fidélité	9
14.1 Évaluation de la fidélité	9
14.2 Répétabilité	9
14.3 Reproductibilité	10
14.4 Limite de détermination	10
15 Rapport d'essai	11

Annexe A (normative) Extraction de la matière grasse et des composés organochlorés et détermination de la teneur en matière grasse	12
Annexe B (informative) Analyse en présence de biphényles polychlorés (PCB).....	16
Bibliographie	17

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3890-1:2000

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8fda901e-3f58-43f2-b044-7c67953ef820/iso-3890-1-2000>

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 partie de l'ISO 3890 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 3890-1 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits agricoles alimentaires*, sous-comité SC 5, *Lait et produits laitiers*, en collaboration avec la Fédération internationale de laiterie (FIL) et l'AOAC International (Association des chimistes analytiques officiels); elle sera également publiée par ces deux organisations.

L'ISO 3890 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Lait et produits laitiers — Détermination des résidus de composés organochlorés (pesticides)*:

- *Partie 1: Considérations générales et méthodes d'extraction*
- *Partie 2: Méthodes d'essai pour la purification des extraits bruts et tests de confirmation*

L'annexe A constitue un élément normatif de la présente partie de l'ISO 3890. L'annexe B est donnée uniquement à titre d'information.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3890-1:2000

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8fda901e-3f58-43f2-b044-7c67953ef820/iso-3890-1-2000>

Lait et produits laitiers — Détermination des résidus de composés organochlorés (pesticides) —

Partie 1: Considérations générales et méthodes d'extraction

AVERTISSEMENT — L'utilisation de la présente partie de l'ISO 3890 peut impliquer l'emploi de produits, d'opérations et d'équipements à caractère dangereux. La présente partie de l'ISO 3890 ne prétend pas aborder tous les problèmes de sécurité qui sont, le cas échéant, liés à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur d'établir des pratiques appropriées en matière d'hygiène et de sécurité, et de s'assurer du respect de la réglementation nationale en vigueur.

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 3890 donne des considérations générales et spécifie des méthodes d'extraction applicables à la détermination des résidus de pesticides organochlorés dans le lait et les produits laitiers.

L'annexe A spécifie une méthode destinée aux produits à teneur élevée en matière grasse.

Des lignes directrices sont données dans l'annexe B pour la réalisation des analyses en présence de biphényles polychlorés (PCB).

Le domaine d'application des diverses méthodes est donné dans le Tableau 1.

Tableau 1 — Application des méthodes aux différents composés

Méthode	Composé									
	α -HCH	β -HCH	γ -HCH	Aldrine / dieldrine	Heptachlore / heptachlore époxide	Isomères de DDT, DDE, TDE	Chlordane / oxy-chlordane	Endrine	Delta-kéto-endrine	HCB
A	+	+	+	+	+	+	+	+		–
B	+	+	+	+	+	+	+	+		–
C	+	+	+	+	+	+	+	+		+
D	+	+	+	+	+	+	+	+		+
E	+	+	+	+	+	+	+	+		+
F	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+
G	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+
H	+	+	+	+	+	+	+	+		+

Légende: + = applicable
– = non applicable

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 partie de l'ISO 3890. 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 partie de l'ISO 3890 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 3890-2, *Laits et produits laitiers — Lignes directrices pour la détermination des composés organochlorés (pesticides) — Partie 2: Méthodes d'essai pour la purification des extraits bruts et tests de confirmation.*

ISO 5725-1:1994, *Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure — Partie 1: Principes généraux et définitions.*

ISO 5725-2:1994, *Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure — Partie 2: Méthode de base pour la détermination de la répétabilité et de la reproductibilité d'une méthode de mesure normalisée.*

3 Terme et définition

Pour les besoins de la présente partie de l'ISO 3890, le terme et la définition suivants s'appliquent.

3.1 teneur en composés organochlorés

fraction massique de substances, déterminée par les méthodes spécifiées dans la présente partie de l'ISO 3890

NOTE La teneur en composés organochlorés est exprimée en milligrammes par kilogramme, soit par rapport à la matière grasse, soit par rapport au produit (pour les produits à faible teneur en matière grasse).

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8fda901e-3f58-43f2-b044-7c67953ef820/iso-3890-1-2000>

4 Principe

NOTE Les méthodes sont basées sur un procédé comportant quatre étapes; deux étapes peuvent parfois être combinées entièrement ou partiellement.

4.1 Extraction

Extraction des résidus du substrat échantillon à l'aide de solvants appropriés afin d'obtenir une extraction maximale des résidus et une coextraction minimale de tout constituant pouvant provoquer des interférences dans la détermination.

4.2 Purification

Élimination de l'extrait des matériaux risquant d'interférer afin d'obtenir une solution du résidu extrait dans un solvant adapté à l'évaluation quantitative, par la méthode de détermination retenue.

4.3 Détermination

La teneur en composés organochlorés est déterminée par chromatographie en phase gazeuse avec détection par capture d'électrons.

4.4 Confirmation

L'identité des résidus de pesticides détectés est confirmée, en particulier dans les cas où le niveau maximum autorisé semble avoir été dépassé.

Les interférences dues aux PCB et aux pesticides sont un problème bien connu lors de l'utilisation de colonnes remplies et, dans une moindre mesure, de colonnes capillaires. Dans le cas de niveaux relativement élevés de PCB, il est recommandé de déterminer les PCB selon l'IDF 130A:1991 (voir la référence [14] dans la bibliographie).

5 Exigences relatives aux réactifs et aux matériaux

5.1 Généralités

Sauf indication différente, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau distillée ou déminéralisée, ou de l'eau de pureté équivalente.

Redistiller l'eau et les solvants utilisés et vérifier leur pureté (voir 5.2). La limite des impuretés éventuellement présentes dans chacun des réactifs utilisés ne doit pas être supérieure à la limite de détermination définie en 14.4. Les impuretés totales de tous les réactifs utilisés dans la méthode peuvent toutefois excéder cette limite. Purifier et activer périodiquement les adsorbants selon les exigences spécifiées par les différentes méthodes analytiques. Vérifier leur pureté (voir 5.2.5).

Prendre toute précaution pour éviter une contamination possible de l'eau, des solvants, des adsorbants etc. par le matériel en plastique ou en caoutchouc.

Une fois purifiés, conserver tous les réactifs, adsorbants, etc. dans des flacons en verre munis de bouchons en verre ou de capsules garnies d'un tampon en PTFE. Ne pas les laisser exposés à l'atmosphère après purification. Du papier aluminium lavé à l'acétone procure une protection adéquate dans de nombreuses situations.

5.2 Contrôle de pureté des réactifs

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

5.2.1 Solvants

Concentrer les solvants en tenant compte du facteur indiqué dans la méthode utilisée. Effectuer un test de pureté par chromatographie en phase gazeuse (voir 6.2). Le chromatogramme ne doit montrer aucune impureté interférante dont la concentration excède la limite de détermination définie en 14.4. Extraire ou concentrer l'acétonitrile, le diméthylformamide (DMF) et le chlorure de méthylène dans les mêmes volumes que ceux utilisés dans la méthode et examiner la solution résultante par chromatographie en phase gazeuse.

5.2.2 Eau

Extraire 10 parties (en volume) d'eau avec 1 partie (en volume) de *n*-hexane ou d'éther de pétrole. Séparer la phase organique, la concentrer en tenant compte du facteur indiqué dans la méthode utilisée et effectuer un test de pureté par chromatographie en phase gazeuse (voir 6.2).

Le chromatogramme ne doit montrer aucune impureté interférante dont la concentration excède la limite de détermination définie en 14.4.

5.2.3 Sels inorganiques

Extraire les sels inorganiques (par exemple le chlorure de sodium), après purification dans les conditions des différentes méthodes analytiques, et toute solution aqueuse utilisée à l'aide de *n*-hexane ou d'éther de pétrole. Concentrer l'extrait en tenant compte du facteur indiqué dans la méthode utilisée et effectuer un test de pureté par chromatographie en phase gazeuse. Le chromatogramme ne doit montrer aucune impureté interférante dont la concentration excède la limite de détermination définie en 14.4.

5.2.4 Laine de coton, laine de verre et laine de quartz

Extraire celles-ci au *n*-hexane et à l'acétone à l'aide d'un extracteur Soxhlet jusqu'à obtention d'un matériau suffisamment exempt de substances interférentes.

5.2.5 Adsorbants

Éluer une quantité d'adsorbant égale à celle utilisée dans la méthode analytique avec le type et le volume correspondants de mélange de solvants. Concentrer l'éluat comme indiqué dans la méthode analytique et effectuer un test de pureté par chromatographie en phase gazeuse (voir 6.2). Le chromatogramme ne doit montrer aucune impureté interférante dont la concentration excède la limite de détermination définie en 14.4. Vérifier régulièrement l'activité des adsorbants.

5.2.6 Solutions étalons

Utiliser comme étalons des produits ayant au moins 95 % de pureté pour l'analyse des résidus de pesticides.

Conservés à une température de $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$, ils sont généralement stables pendant au moins un an ou deux. Les solutions mères ayant une concentration de 1 mg/ml et conservées au réfrigérateur à environ $4\text{ }^{\circ}\text{C}$ sont habituellement stables pendant 2 à 3 mois. Préparer les solutions diluées le jour même de l'utilisation.

NOTE Une modification de volume causée par l'évaporation du solvant, par exemple à travers les pores entre un bouchon en verre et le col d'une fiole, peut être une source d'erreur.

Conserver les solutions étalons au réfrigérateur dans des flacons en verre et prendre toute précaution pour éviter une contamination possible par du matériel en plastique ou en caoutchouc. N'exposer les solutions étalons ni à la lumière solaire, ni à la lumière ultraviolette de façon prolongée. La spectrométrie de masse et la chromatographie en phase gazeuse peuvent être utilisées pour détecter les impuretés des étalons analytiques. L'expérience a montré que les fautes commises lors de la préparation, manipulation et conservation des étalons sont une source majeure d'erreur.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

6 Exigences relatives à l'appareillage

6.1 Généralités

ISO 3890-1:2000

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8fda901e-3f58-43f2-b044-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8fda901e-3f58-43f2-b044-7c67953ef820/iso-3890-1-2000)

Nettoyer soigneusement toute la verrerie utilisée pour l'analyse des résidus. Une solution sulfochromique peut être utilisée pour le nettoyage. Toutefois, si une telle solution est utilisée, la verrerie doit être lavée ensuite avec de l'eau distillée et de l'acétone avant d'être séchée. Juste avant l'emploi, rincer à nouveau la verrerie avec le solvant qui sera utilisé.

Les bouchons en matière plastique ordinaire [par exemple en chlorure de polyvinyle (PVC)] ne doivent pas être utilisés avec les flacons servant à la conservation des étalons, car ils peuvent entraîner une contamination. Des bouchons en verre ou en polytétrafluoroéthylène (PTFE) sont nécessaires. De même, les ampoules à décanter avec des bouchons ou des robinets en matière plastique ne doivent pas être utilisés. Les récipients de lavage doivent être entièrement en verre. Remplacer les bouchons ordinaires par des bouchons en verre ou en PTFE.

La plupart des méthodes préconisent l'utilisation de colonnes chromatographiques particulières qui doivent être fabriquées spécialement et comporter des robinets en verre ou en PTFE. L'extrémité supérieure des colonnes doit comporter un joint en verre rodé pour permettre de relier un réservoir de solvant ou un adaptateur de pression. Parfois, il peut être utile de disposer sous le robinet d'un joint en verre rodé, afin de pouvoir appliquer une pression réduite en utilisant une fiole de Büchner appropriée.

Deux types d'évaporateurs de solvant peuvent être utilisés. En premier lieu, l'évaporateur Kuderna-Danish¹⁾ (ou son équivalent) (voir référence [1]), qui peut être utilisé avec ou sans sa colonne de rectification et qui est chauffé sur bain de vapeur. En second lieu, les différents types d'évaporateurs rotatifs (disponibles sur le marché) qui exigent une source de vide, de préférence une pompe à eau, et qui peuvent être chauffés à une température supérieure à $50\text{ }^{\circ}\text{C}$. Il convient de vérifier périodiquement l'incidence du type d'évaporateur de solvant sur la perte

1) Exemples de produits appropriés disponibles sur le marché. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente partie de l'ISO 3890 et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif des produits ainsi désignés.

des pesticides volatils. Un «conservateur» (propylène glycol, *n*-undécane ou hexadécane) peut être utilisé pour réduire les pertes en pesticides.

Dans le cas où des homogénéisateurs sont utilisés, des précautions doivent être prises pour s'assurer qu'ils n'entraînent aucune contamination. L'absence de fuite autour de l'hélice située dans le fond de certains macérateurs doit être vérifiée. Les différents joints peuvent être une source de contamination

Des tubes à robinet comportant des joints en verre rodé normalisés de 14 mm et ayant une capacité d'environ 15 ml (ayant donc une longueur de 80 mm à 90 mm) sont nécessaires pour les concentrations finales. Ils peuvent être adaptés à des microcolonnes Snyder¹⁾ (voir référence [2]). Les solutions sont souvent réduites à un faible volume final par évaporation sous courant d'air ou d'azote. Ne pas utiliser des tubes en caoutchouc ou en PVC pour cette opération; les tubes en PTFE ou en nylon présentent en général le plus faible risque de contamination.

Les papiers-filtres peuvent nécessiter une extraction avec du solvant.

Des bains de vapeur et d'eau sont aussi nécessaires; ils doivent être équipés de supports permettant d'y placer les appareillages qui y sont introduits.

Des centrifugeuses permettant de centrifuger plusieurs centaines de millilitres d'émulsion à une fréquence de rotation de 2 000 min⁻¹ à 4 000 min⁻¹ sont parfois nécessaires.

6.2 Appareil de chromatographie en phase gazeuse

Utiliser un système approprié de chromatographie en phase gazeuse comportant de préférence un chauffage séparé de l'injecteur, du détecteur et du four contenant la colonne. La possibilité d'effectuer l'injection directement sur la colonne constitue généralement un avantage. Bien que le choix des différentes parties de l'ensemble de chromatographie en phase gazeuse soit fonction de l'expérience de l'analyste, il est bon de rappeler quelques conseils de portée générale.

- a) Les détecteurs à capture d'électrons (³H, ⁶³Ni) ont été reconnus comme convenant le mieux pour la détermination des composés organochlorés. Régler les détecteurs selon les instructions du fabricant. Contrôler périodiquement les variations de sensibilité du détecteur en vérifiant la linéarité des courbes d'étalonnage obtenues à partir des solutions étalons de pesticides (voir 5.2.6). Ne pas utiliser les détecteurs à capture d'électrons ³H si des températures supérieures à 225 °C sont requises.
- b) Privilégier les colonnes en verre ou en silice d'une longueur comprise entre 1,5 m et 3 m et d'un diamètre intérieur de 2 mm à 6 mm.
- c) Utiliser un support de bonne qualité et bien adapté. (Des matériaux tels que le Gaschrom Q, le Chromosorb W-HP, l'Anachrom Q, ayant des plages de granulométrie de 60/80 mesh, 80/100 mesh et 100/120 mesh, ont été utilisés avec succès.)¹⁾
- d) Diverses phases stationnaires (ou mélanges de phases) ont été utilisées avec succès en fonction de la quantité et du type de composés organochlorés, comprenant, entre autres:
 - hydrocarbure: Apiezon L
 - méthylsilicones: DC-11, DC-200, OV-1, QC-101, SP-2100, SE-30
 - méthylphénylsilicones: OV-17, OV-61, OV-25, SP-2250, SE-52
 - trifluoropropylméthylsilicones: QF-1, OV-210, SP-2401
 - phénylcyanopropylméthylsilicones: OV-225, XE-60

Déposer les phases stationnaires sur le support avec soin, le rapport dépendant de la combinaison support/phase choisie. Dans tous les cas, conditionner les colonnes nouvellement remplies pendant au moins 24 h à une température proche du maximum compatible avec le type de phase stationnaire utilisé. Tester leur efficacité et leur sélectivité à la température d'utilisation requise à l'aide de mélanges étalons de composés organochlorés.