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

*Animal and vegetable fats and oils — Determination of lead by direct
graphite furnace atomic absorption spectroscopy*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 12193:2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ee680477-7a65-4e6d-bd70-4301cc16ce4e/iso-12193-2004)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ee680477-7a65-4e6d-bd70-4301cc16ce4e/iso-12193-2004>



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 12193:2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ee680477-7a65-4e6d-bd70-4301cc16ce4e/iso-12193-2004)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ee680477-7a65-4e6d-bd70-4301cc16ce4e/iso-12193-2004>

© ISO 2004

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
Web www.iso.org

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

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 12193:1994), qui a fait l'objet d'une révision technique.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ee680477-7a65-4e6d-bd70-4301cc16ce4e/iso-12193-2004>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 12193:2004

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ee680477-7a65-4e6d-bd70-4301cc16ce4e/iso-12193-2004>

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

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination des traces de plomb (> 0,001 mg/kg) dans tous les types de corps gras alimentaires bruts ou raffinés.

2 Principe

Atomisation du corps gras dans un four en graphite adapté, avec ou sans plate-forme, relié à un spectromètre d'absorption atomique, préalablement étalonné à l'aide de solutions étalons d'un composé organique de plomb, et mesurage de la teneur en métal à partir de l'absorption à la longueur d'onde de 283,3 nm.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

3 Réactifs

Sauf spécification contraire, utiliser exclusivement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau distillée ou déminéralisée ou une eau de pureté équivalente.

3.1 Cyclohexane, de qualité analytique.

3.2 Lécithine, contenant 2 % de phosphore.

3.3 Modificateur de matrice: préparer une solution de lécithine à 2 % (par masse/volume) en dissolvant 2 g de lécithine (3.2) dans 100 ml de cyclohexane (3.1).

3.4 Huile témoin, raffinée.

Toute huile alimentaire est adaptée, à conserver dans un flacon en polyéthylène exempt de métal. La teneur en plomb de l'huile ne doit pas être supérieure à 0,001 mg/kg.

3.5 Solution étalon mère, $c(\text{Pb}) = 10 \text{ mg/kg}$.

Cette solution est préparée par dilution appropriée d'un étalon organométallique avec l'huile témoin (3.4).

NOTE Un étalon approprié est disponible auprès des sociétés suivantes:¹⁾

— la Continental Oil Company à Ponca City en Oklahoma, États-Unis (Conostan, 5 000 mg/kg);

— Merck KGaA à Darmstadt (Allemagne) [Certipur 1.15051, étalon de plomb dissout dans l'huile, $c(\text{Pb}) = 1 \text{ g/kg}$] dans l'huile étalon;

1) Ce ne sont que des exemples de produits disponibles dans le commerce. Cette information est indiquée aux utilisateurs de la présente Norme internationale à titre indicatif et ne correspond pas à un cautionnement de ces produits de la part de l'ISO.

- VWR International [Certipur 1.15051, étalon de plomb dissout dans l'huile, $c(\text{Pb}) = 1 \text{ g/kg}$] dans l'huile étalon;
- VWR International [Specpure ALFA019527.AD, plomb, solution organique étalon pour spectroscopie d'absorption atomique, Specture, $c(\text{Pb}) = 1\,000 \text{ mg/g}$].

3.6 Solutions étalons de travail : $c(\text{Pb})$ 0,02 mg/kg, 0,05 mg/kg et 0,100 mg/kg préparées chaque jour en diluant la solution mère à 10 mg/kg (3.5) avec l'huile témoin (3.4).

3.7 Argon, ayant une pureté minimale de 99,99 %.

4 Appareillage

4.1 Flacons et bouchons en polyéthylène ou en polypropylène, de 20 ml, exempts de métal.

Les flacons et les bouchons en polyéthylène ou en polypropylène sont rendus exempts de métal de la façon suivante: nettoyer soigneusement les flacons avec une solution d'acide nitrique chaude, les rincer avec de l'eau distillée puis les sécher à l'étuve à environ 80 °C.

4.2 Micropipette, de 20 μl .

4.3 Embouts de micropipette.

4.4 Four électrique, réglé à 60 °C \pm 2 °C.

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

4.6 Atomiseur à four en graphite, placé dans le spectromètre d'absorption atomique (4.5) et doté d'une unité de commande pour la programmation de la température.

4.7 Tube en graphite, normal (non revêtu) ou à revêtement (pyrolytique).

4.8 Plate-forme pyrolytique, adaptée à un tube en graphite à revêtement pyrolytique ou non revêtu.

L'atomisation peut être réalisée avec ou sans la plate-forme. L'exactitude et la sensibilité sont deux fois plus élevées avec la plate-forme que sans la plate-forme.

5 Échantillonnage

Les échantillons de laboratoire, d'au moins 1,5 g, doivent être conservés dans des flacons exempts de métal (4.1).

Il est important que le laboratoire reçoive un échantillon réellement représentatif, n'ayant pas été endommagé ni 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.

6 Mode opératoire

6.1 Traitement des échantillons, des huiles témoins et des solutions étalons

6.1.1 Placer tous les échantillons et toutes les solutions étalons de travail (3.6) dans le four (4.4), réglé à 60 °C.

6.1.2 Agiter vigoureusement les échantillons.

6.1.3 Peser 5,0 g d'échantillon dans un flacon de 20 ml (4.1), ajouter 5,0 g de modificateur de matrice (3.3) et mélanger soigneusement.

6.1.4 Répéter les opérations 6.1.2 et 6.1.3 pour les trois solutions étalons de travail (3.6) et pour l'huile témoin (3.4).

6.2 Préparation de l'appareillage

6.2.1 Mettre en marche le spectromètre d'absorption atomique (4.5) et le correcteur de fond (D₂ ou Zeeman).

6.2.2 Conformément aux instructions du fabricant fournies avec le spectromètre, procéder au réglage du courant de la lampe, de la fente, de la longueur d'onde et de l'amplification. La longueur d'onde requise est 283,3 nm.

6.2.3 Optimiser la position de l'atomiseur à four en graphite (4.6) dans le spectromètre d'absorption atomique et régler le programme requis sur l'unité de commande du four. Utiliser les paramètres de mesure décrits dans les Tableaux 1 et 2. Le cas échéant, placer la plate-forme dans le tube en graphite (4.8).

6.2.4 Avant chaque injection, prétraiter l'embout de micropipette (4.3) en prélevant à la pipette, puis en rejetant 20 µl de cyclohexane.

ISO 12193:2004

Les programmes pour l'atomiseur à four en graphite sont indiqués dans les Tableaux 1 et 2.

Tableau 1 — Tube non revêtu sans plate-forme, chauffage maximal et arrêt de gaz

Étape n°	Température °C	Durée de la montée en température s	Durée de palier à température s	Débit de gaz interne ml/min
1	100	10	20	300
2	650	60	40	300
3	1 900	0	5	0
4	2 700	1	3	50

Tableau 2 — Tube à revêtement pyrolytique avec plate-forme, chauffage maximal et arrêt de gaz

Étape n°	Température °C	Durée de la montée en température s	Durée de palier à température s	Débit de gaz interne ml/min
1	200	10	20	300
2	650	60	40	300
3	1 700	0	5	0
4	2 700	1	3	50

6.3 Détermination

6.3.1 Mesurage de l'huile témoin

Dans le four en graphite, injecter 20 µl de la solution d'huile témoin préparée conformément à 6.1.4, démarrer le programme de température et enregistrer l'absorbance.

6.3.2 Mesurage des solutions étalons

Dans le four en graphite, injecter 20 µl des trois solutions étalons préparées conformément à 6.1.4 et enregistrer les absorbances.

6.3.3 Mesurage des solutions d'échantillon

Dans le four en graphite, injecter 20 µl de la solution d'échantillon préparée conformément à 6.1.3, démarrer le programme de température et enregistrer l'absorbance.

7 Calcul et expression des résultats

7.1 Calcul

7.1.1 Mesurer la hauteur de pic sur le tracé de l'enregistreur ou lire ce qui apparaît sur l'écran d'affichage ou sur l'imprimante.

7.1.2 Tracer une courbe d'étalonnage en portant l'absorbance des trois solutions étalons (6.3.2), corrigée par rapport à l'huile témoin (6.3.1), en fonction de leur teneur respective en métal.

NOTE Avec des appareils perfectionnés, l'auto-étalonnage peut être appliqué.

7.1.3 Lire la teneur en métal de l'échantillon à partir de la courbe d'étalonnage.

7.2 Expression des résultats

Exprimer les résultats en milligrammes par kilogramme (jusqu'à deux chiffres significatifs).

8 Fidélité

8.1 Essai interlaboratoires

Des précisions relatives à un essai interlaboratoires sur la fidélité de la méthode sont résumées dans l'Annexe A. Il est possible que les valeurs issues de cet essai interlaboratoires ne s'appliquent pas aux gammes de concentration et aux matrices autres que celles indiquées.

La méthode a été soumise à l'essai avec des corps gras liquides (huile de soja, huile d'arachide) et des corps gras solides (beurre de cacao).

8.2 Limite de 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, n'est pas supérieure dans plus de 5 % des cas à la limite de répétabilité (r) calculée à partir des formules du Tableau 3.

Tableau 3 — Limites de répétabilité (r) et de reproductibilité (R)

	r	R
Pb dans l'huile alimentaire	0,19 M	0,30 M
Pb dans le beurre de cacao	0,15 M	0,68 M
NOTE	M est la valeur de la concentration moyenne correspondante.	

8.3 Limite de 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, n'est pas supérieure dans plus de 5 % des cas à la limite de reproductibilité (R) calculée à partir des formules du Tableau 3.

8.4 Justesse (erreur systématique)

Une étude interlaboratoires (voir le Tableau A.1) a démontré que l'erreur systématique de la méthode était négligeable lorsque celle-ci était utilisée pour déterminer des niveaux de concentration en plomb allant de 0,01 mg/kg à 0,10 mg/kg.

8.5 Sensibilité

La sensibilité de la méthode est démontrée par les valeurs inférieures de r et R aux faibles niveaux de concentration étudiés (voir le Tableau A.1). La limite de détection est 0,001 mg/kg et la limite de détermination est 0,01 mg/kg.

Aucune interférence provoquée par d'autres éléments n'est à attendre si les mesurages sont réalisés à la longueur d'onde spécifique au plomb (283,3 nm).

9 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit spécifier:

- toutes les informations nécessaires à l'identification complète de l'échantillon;
- la méthode d'échantillonnage utilisée, si elle est connue;
- la méthode d'essai utilisée, avec une référence à la présente Norme internationale;
- toutes les caractéristiques de fonctionnement non spécifiées dans la présente Norme internationale ou considérées comme étant facultatives, ainsi qu'une description détaillée de tout incident ayant pu avoir une influence sur le ou les résultats d'essai;
- le (ou les) résultat(s) d'essai obtenus ou, si la répétabilité a été vérifiée, le résultat final cité obtenu.