
**Corps gras d'origines animale et
végétale — Détermination de la teneur
en hydrocarbures aromatiques
polycycliques par chromatographie
de complexe donneur-accepteur et CLHP
avec détection par fluorescence**

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)
*Animal and vegetable fats and oils — Determination of polycyclic
aromatic hydrocarbons by on-line donor-acceptor complex
chromatography and HPLC with fluorescence detection*

[ISO 22959:2009](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/60a6cc36-7dba-4105-8a46-d9a85101c4b0/iso-22959-2009)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/60a6cc36-7dba-4105-8a46-
d9a85101c4b0/iso-22959-2009](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/60a6cc36-7dba-4105-8a46-d9a85101c4b0/iso-22959-2009)



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 22959:2009](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/60a6cc36-7dba-4105-8a46-d9a85101c4b0/iso-22959-2009)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/60a6cc36-7dba-4105-8a46-d9a85101c4b0/iso-22959-2009>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2009

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

Sommaire

Page

Avant-propos.....	v
Introduction.....	vi
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principe	2
5 Réactifs, matériaux et étalons	3
6 Appareillage	5
7 Échantillonnage et préparation de l'échantillon pour essai	6
8 Préparation des échantillons	6
9 Mode opératoire	7
9.1 Analyse CLHP	7
9.2 Identification des HAP	7
10 Calculs des différents HAP	8
11 Données de validation de la méthode	8
11.1 Exactitude	8
11.2 Fidélité intralaboratoire	8
11.3 Récupération	9
11.4 Plage dynamique	9
11.5 Limite de quantification	9
12 Fidélité	9
12.1 Essai interlaboratoires international	9
12.2 Répétabilité	9
12.3 Reproductibilité	9
13 Rapport d'essai	9
Annexe A (informative) Exemple des parties constitutives d'un système de CLHP	10
Annexe B (informative) Exemple de conditions de fonctionnement des pompes du système de CLHP	11
Annexe C (informative) Exemple de conditions de fonctionnement du thermostat de colonne et du détecteur du système de CLHP	12
Annexe D (informative) Exemple de programme de l'échantillonneur automatique du système de CLHP	13
Annexe E (informative) Raccords de tubulures du système de CLHP	14
Annexe F (informative) Chromatogramme d'un échantillon étalon	15
Annexe G (informative) Fidélité de la détermination pour une huile de tournesol, plage allant de 0,1 µg/kg à 3,5 µg/kg	16
Annexe H (informative) Fidélité de la détermination pour une huile d'olive, plage allant de 0,1 µg/kg à 3,5 µg/kg	17
Annexe I (informative) Fidélité de la détermination pour une huile de soja, plage allant de 0,1 µg/kg à 3,5 µg/kg	18

Annexe J (informative) Fidélité de la détermination pour une huile de coco, plage allant de 0,1 µg/kg à 3,5 µg/kg	19
Annexe K (informative) Essai interlaboratoires	20
Bibliographie	22

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 22959:2009](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/60a6cc36-7dba-4105-8a46-d9a85101c4b0/iso-22959-2009)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/60a6cc36-7dba-4105-8a46-d9a85101c4b0/iso-22959-2009>

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 22959 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits alimentaires*, sous-comité SC 11, *Corps gras d'origines animale et végétale*.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 22959:2009
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/60a6cc36-7dba-4105-8a46-d9a85101c4b0/iso-22959-2009>

Introduction

Les hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP) se forment lors des processus de pyrolyse, comme la combustion incomplète des substances organiques ou d'origine pétrolière (huiles minérales). Les corps gras comestibles peuvent être contaminés par la pollution environnementale et/ou lors des étapes de traitement précédant le raffinage. La présence d'hydrocarbures aromatiques polycycliques dans les corps gras présentent un danger pour la santé en raison de leur carcinogénicité. Différents niveaux d'hydrocarbures aromatiques polycycliques ont été observés dans les corps gras comestibles bruts. Le raffinage des huiles (désodorisation, blanchiment/décoloration, traitement au charbon actif) dans les conditions appropriées réduit la teneur des différents hydrocarbures aromatiques polycycliques à un niveau de l'ordre de quelques microgrammes par kilogramme. Parmi les méthodes connues d'analyse des hydrocarbures aromatiques polycycliques dans les corps gras comestibles figurent des modes opératoires complexes d'extraction et de purification permettant d'isoler les hydrocarbures aromatiques polycycliques présents à l'état de traces.

La technique par chromatographie de complexe donneur-accepteur (DACC) permet d'extraire les hydrocarbures aromatiques polycycliques à partir de plusieurs matrices. Les hydrocarbures aromatiques polycycliques sont des donneurs d'électrons (électrons π) et la forte interaction qui existe entre les hydrocarbures aromatiques polycycliques et une phase stationnaire acceptant les électrons se traduit par la rétention des hydrocarbures aromatiques polycycliques et l'élution du plus gros des autres composants de l'huile. La présente Norme internationale spécifie une méthode en ligne automatisée de détermination de la teneur en hydrocarbures aromatiques polycycliques des corps gras comestibles pouvant être utilisée facilement comme analyse de routine. Cette méthode est réalisée par couplage LC-LC d'une colonne de chromatographie de complexe donneur-accepteur de purification et d'une colonne d'analyse pour la séparation. Les hydrocarbures aromatiques polycycliques sont quantifiés par détection par fluorescence.

ISO 22959:2009

Comparée à des techniques plus anciennes, cette méthode en ligne automatisée réduit de manière significative la quantité de solvant utilisée et permet un gain de temps substantiel. La purification par colonne de chromatographie de complexe donneur-accepteur est rapide et est réalisée en même temps que la CLHP de l'échantillon précédent. L'analyse complète d'un échantillon s'effectue en 90 min environ, contre 8 h à 10 h par les méthodes classiques. En outre, le système peut tourner 24h/24. Enfin, cette méthode élimine les pertes d'hydrocarbures aromatiques polycycliques volatils se produisant par exemple lors de l'évaporation du solvant. Une limite de quantification de 0,1 $\mu\text{g}/\text{kg}$ pour chaque hydrocarbure aromatique polycyclique a été retenue avec la méthode par chromatographie de complexe donneur-accepteur, qui corrige automatiquement les éventuelles récupérations incomplètes car les échantillons pour étalonnage sont soumis au même traitement que les échantillons pour analyse. Le système utilise des appareils de CLHP classiques.

Corps gras d'origines animale et végétale — Détermination de la teneur en hydrocarbures aromatiques polycycliques par chromatographie de complexe donneur-accepteur et CLHP avec détection par fluorescence

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie un mode opératoire de chromatographie liquide à haute performance (CLHP) permettant de déterminer la teneur en hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP) dans les corps gras comestibles.

La méthode a été validée pour l'huile de coco (CN), l'huile d'olive (OV), l'huile de tournesol (SF) et l'huile de soja (BO) et peut être applicable à d'autres huiles après détermination des paramètres appropriés.

La plus faible limite de quantification pour l'ensemble des HAP est fixée à 0,1 µg/kg. La plus petite quantité de chaque HAP qu'il est possible de distinguer des signaux parasites n'a pas été déterminée. La plage de concentration validée pour la méthode est comprise entre 0,1 µg/kg et 3,5 µg/kg pour chaque HAP. Dans le cas de teneurs en HAP (légers) supérieures à 3,5 µg/kg, il est possible de diluer les échantillons afin d'amener la teneur dans la plage validée. Il est également possible de régler le domaine de travail des courbes d'étalonnage. Cependant, les domaines supérieurs à 3,5 µg/kg n'ont pas été validés.

La présente méthode permet de déterminer les HAP suivants: anthracène, phénanthrène, fluoranthène, pyrène, chrysène, benz[a]anthracène, benzo[e]pyrène, benzo[a]pyrène, pérylène, benzo[ghi]pérylène, anthanthrène, dibenz[a,h]anthracène, coronène, indéno[1,2,3-cd]pyrène, benzo[a]fluoranthène, benzo[b]fluoranthène, benzo[k]fluoranthène.

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, *Corps gras d'origines animale et végétale — Préparation de l'échantillon pour essai*

3 Termes et définitions

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

3.1

hydrocarbure aromatique polycyclique

HAP

composé contenant au moins deux noyaux d'hydrocarbures aromatiques condensés (accolés) et dont la teneur peut être déterminée à l'aide de la méthode spécifiée dans la présente Norme internationale

3.2

hydrocarbure aromatique polycyclique léger

composé ayant entre deux et quatre noyaux d'hydrocarbures aromatiques condensés (accolés)

EXEMPLES

Composé	N° CAS	Composé	N° CAS	Composé	N° CAS
acénaphène	83-32-9	benzo[e]pyrène	192-97-2	naphtalène	50-32-8
acénaphthylène	208-96-8	chrysène	218-01-9	phénanthrène	85-01-8
anthracène	120-12-7	fluoranthène	206-44-0	pyrène	129-00-0
benz[a]anthracène (1,2-benzanthracène)	56-55-3	fluorène	86-73-7		

3.3

hydrocarbure aromatique polycyclique lourd

composé ayant cinq noyaux et plus d'hydrocarbures aromatiques condensés (accolés)

EXEMPLES

Composé	N° CAS	Composé	N° CAS	Composé	N° CAS
benzo[a]pyrène (1,2-benzopyrène)	50-32-8	benzo[k]fluoranthène	207-08-9	dibenz[a,h]anthracène (1,2,5,6-dibenzanthracène)	53-70-3
benzo[a]fluoranthène	203-33-8	benzo[ghi]pérylène (1,12-benzopérylène)	191-24-2	indéno[1,2,3-cd]pyrène	193-39-5
benzo[b]fluoranthène	205-99-2	coronène	191-07-1	pérylène	198-55-0

3.4

teneur en hydrocarbures aromatiques polycycliques

fraction massique d'un hydrocarbure aromatique polycyclique ou d'un mélange d'hydrocarbures aromatiques polycycliques dans une matrice

EXEMPLES Teneur en chaque hydrocarbure aromatique polycyclique; teneur en hydrocarbures aromatiques polycycliques légers; teneur en hydrocarbures aromatiques polycycliques lourds.

NOTE La teneur est exprimée en fraction massique en microgrammes par kilogramme.

4 Principe

Les HAP présents dans les huiles alimentaires sont déterminés par couplage en ligne d'un appareil de chromatographie de complexe donneur-accepteur à un appareil de chromatographie liquide à haute performance avec détection par fluorescence. Les échantillons d'huile sont élués dans une colonne contenant une phase stationnaire modifiée (colonne de chromatographie de complexe donneur-accepteur DACC) qui agit comme un accepteur d'électrons. La colonne retient les HAP (donneurs d'électrons) par des interactions π - π . Après élution de l'huile, les HAP sont transférés en ligne dans la colonne en phase inverse prévue pour l'analyse. Chaque HAP est détecté à une longueur d'onde différente. Les temps de rétention des HAP sont utilisés pour identifier chacun des composés. Le niveau des HAP présents dans les échantillons d'huile est calculé par étalonnage externe.

5 Réactifs, matériaux et étalons

AVERTISSEMENT — La méthode nécessite l'emploi de réactifs nocifs pour la santé. Respecter les règles générales de sécurité en vigueur dans les laboratoires. Tous les HAP sont soupçonnés d'être cancérigènes. Par conséquent, il est indispensable de préparer les solutions mères, les dilutions étalons et les échantillons de la courbe étalon (5.3) dans un laboratoire de classe 2. Il est également indispensable de porter une blouse de laboratoire et des gants de sécurité lors de ces étapes. Les tissus et les gants contaminés doivent être collectés dans un sac en plastique à mettre au rebut après l'avoir fermé hermétiquement.

5.1 Réactifs.

- 5.1.1 **Acétonitrile**, de qualité CLHP, de fraction massique $w[\text{C}_2\text{H}_3\text{N}] > 99,9 \%$.
- 5.1.2 **Acétate d'éthyle**, de qualité CLHP, de fraction massique $w[\text{C}_4\text{H}_8\text{O}_2] > 99,8 \%$.
- 5.1.3 **Propanol-2**, de qualité CLHP, de fraction massique $w[\text{C}_3\text{H}_8\text{O}] > 99,9 \%$.
- 5.1.4 **Toluène**, de qualité CLHP, de fraction massique $w[\text{C}_7\text{H}_8] > 99,9 \%$.
- 5.1.5 **Eau**, de qualité CLHP.

5.2 Étalons.¹⁾

- 5.2.1 **Anthracène**, de fraction massique $w[\text{C}_{14}\text{H}_{10}] > 99 \%$.
- 5.2.2 **Phénanthrène**, de fraction massique $w[\text{C}_{14}\text{H}_{10}] > 99 \%$.
- 5.2.3 **Fluoranthène**, de fraction massique $w[\text{C}_{16}\text{H}_{10}] > 99 \%$.
- 5.2.4 **Pyrène**, de fraction massique $w[\text{C}_{16}\text{H}_{10}] > 99 \%$.
- 5.2.5 **Chrysène**, de fraction massique $w[\text{C}_{18}\text{H}_{12}] > 99 \%$.
- 5.2.6 **Benz[a]anthracène**, (1,2-Benzanthracène), de fraction massique $w[\text{C}_{18}\text{H}_{12}] > 99 \%$.
- 5.2.7 **Benzo[e]pyrène**, de fraction massique $w[\text{C}_{20}\text{H}_{12}] > 99 \%$.
- 5.2.8 **Benzo[a]pyrène**, (1,2-Benzopyrène), de fraction massique $w[\text{C}_{20}\text{H}_{12}] > 99 \%$.
- 5.2.9 **Pérylène**, de fraction massique $w[\text{C}_{20}\text{H}_{12}] > 99 \%$.
- 5.2.10 **Benzo[ghi]pérylène**, (1,12-Benzopérylène), de fraction massique $w[\text{C}_{22}\text{H}_{12}] > 99 \%$.
- 5.2.11 **Anthanthrène**, de fraction massique $w[\text{C}_{22}\text{H}_{12}] > 99 \%$.
- 5.2.12 **Dibenz[a,h]anthracène**, (1,2,5,6-Dibenzanthracène), de fraction massique $w[\text{C}_{22}\text{H}_{14}] > 99 \%$.
- 5.2.13 **Coronène**, de fraction massique $w[\text{C}_{24}\text{H}_{12}] > 99 \%$.
- 5.2.14 **Indéno[1,2,3-cd]pyrène**, de fraction massique $w[\text{C}_{22}\text{H}_{12}] > 99 \%$.
- 5.2.15 **Benzo[a]fluoranthène**, de fraction massique $w[\text{C}_{20}\text{H}_{12}] > 99 \%$.
- 5.2.16 **Benzo[b]fluoranthène**, de fraction massique $w[\text{C}_{20}\text{H}_{12}] > 99 \%$.
- 5.2.17 **Benzo[k]fluoranthène**, de fraction massique $w[\text{C}_{20}\text{H}_{12}] > 99 \%$.
- 5.2.18 **Matériau de référence certifié BCR 458**, huile de coco avec 6 hydrocarbures aromatiques polycycliques.

1) IRMM (<http://www.irmm.jrc.be>) et Sigma-Aldrich (<http://www.sigmaaldrich.com>) sont des exemples de fournisseurs appropriés. 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 des produits fournis. Des produits équivalents peuvent être utilisés s'il est démontré qu'ils conduisent aux mêmes résultats.

5.3 Solutions étalons.

5.3.1 Solutions étalons d'hydrocarbures aromatiques polycycliques dans du toluène, de concentration en masse d'environ 0,2 mg/ml: peser à 0,01 mg près, 10 mg de tous les HAP (5.2.1 à 5.2.17) dans des fioles jaugées (6.7) séparées et compléter au trait avec du toluène (5.1.4).

5.3.2 Solution étalon d'hydrocarbures aromatiques polycycliques dans de l'huile, de fraction massique d'environ 125 µg/kg: préparer une solution étalon de HAP dans la même huile (5.3.3) que celle des échantillons à analyser.

À l'aide d'une seringue (6.2), transférer 10,0 µl de chacune des solutions mères (5.3.1) dans une seule et même fiole de 20 ml à bouchon serti (6.1). Attendre jusqu'à évaporation de la majeure partie du toluène et peser 16 g d'huile à 0,1 mg près dans la fiole. Bien mélanger.

5.3.3 Préparation des huiles utilisées pour les solutions étalons (blanc et dilutions). Peser environ 400 g d'huile de préférence raffinée dans un ballon à fond rond de 1 l. Ajouter 20 g de charbon actif ²⁾. Chauffer pendant 2 h à 90 °C dans un évaporateur rotatif sous vide, centrifuger le mélange et filtrer le surnageant à l'aide d'un filtre de 0,45 µm (6.3).

Analyser l'huile pour déterminer si le niveau parasite d'hydrocarbures aromatiques polycycliques est sensiblement inférieur à 0,1 µg/kg. Si nécessaire, le niveau des HAP légers peut être diminué par évaporation pendant environ 3 h à 240 °C en le soumettant à 3 % de vapeur/heure sous une pression inférieure ou égale à 3 kPa.

5.3.4 Échantillons pour la courbe étalon des hydrocarbures aromatiques polycycliques. Les échantillons pour la courbe étalon sont préparés pour la même huile que celles des échantillons à analyser. Il convient que le niveau parasite des HAP présents dans l'huile utilisée soit sensiblement inférieur à 0,1 µg/kg.

Préparer six échantillons étalons en pesant à 0,1 mg près différentes quantités de solution étalon de HAP dans l'huile (5.3.2) dans des fioles de 20 ml à bouchon serti (6.1) et en ajoutant de l'huile raffinée (5.3.3) à 0,1 mg près, conformément aux valeurs indiquées dans le Tableau 1.

Tableau 1 — Quantités de solution étalon de HAP dans l'huile et d'huile raffinée à utiliser

Échantillon de la courbe étalon µg/kg	Quantité pesée de solution étalon de HAP dans l'huile mg	Masse totale après addition d'huile raffinée g
0,1	10,0	12,500 0
0,8	32,0	5,000 0
1,5	60,0	5,000 0
2,1	84,0	5,000 0
2,8	56,0	2,500 0
3,5	70,0	2,500 0

S'il est prévu, dans la plupart des échantillons à analyser, un niveau de HAP (légers) supérieur à 3,5 µg/kg, régler le domaine de travail de la courbe étalon en conséquence. Cependant les domaines supérieurs à 3,5 µg/kg n'ont pas été validés.

2) Norit® SA 4PAH ou tout autre charbon Norit® sont des exemples de produits appropriés disponibles sur le marché. 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 des produits ainsi désignés. Des produits équivalents peuvent être utilisés s'il est démontré qu'ils conduisent aux mêmes résultats.

5.4 Éluants pour l'analyse par CLHP.

5.4.1 Solvant A: acétonitrile/eau (fraction volumique de 85 % pour l'acétonitrile et de 15 % pour l'eau). Mélanger 663 g d'acétonitrile (5.1.1) et 150 g d'eau (5.1.5).

5.4.2 Solvant B: acétonitrile (5.1.1).

5.4.3 Solvants C/E: acétate d'éthyle/acétonitrile (fraction volumique de 70 % pour l'acétate d'éthyle et de 30 % pour l'acétonitrile). Mélanger 630 g d'acétate d'éthyle (5.1.2) et 234 g d'acétonitrile (5.1.1).

5.4.4 Solvant D: propanol-2 (5.1.3).

6 Appareillage

Appareillage courant de laboratoire et, en particulier, ce qui suit.

6.1 Fioles pour CLHP à bouchon serti, adaptées à un échantillonneur automatique.

6.2 Seringues, de capacités 10 µl, 250 µl.

6.3 Filtres³⁾, de 0,45 µm.

6.4 Seringues jetables à usage unique, de 5 ml.

6.5 Système de CLHP, de préférence muni d'un échantillonneur automatique chauffant.

Pour l'analyse de l'huile de palme, de l'huile de coco ou des huiles solidifiées, préparées conformément à 8.1.2, il est recommandé d'utiliser un échantillonneur automatique chauffant. À défaut, injecter la préparation de l'échantillon immédiatement, comme spécifié en 8.1.2.

NOTE 1 Un exemple des différentes parties d'un système de CLHP est donné à l'Annexe A. L'Annexe E traite des raccords de tubulures du système CLHP⁴⁾.

NOTE 2 Les Annexes B à D présentent à titre d'exemple les conditions de fonctionnement des différentes parties d'un système CLHP.

6.6 Système de traitement des données de chromatographie.

6.7 Fiole jaugée à un trait avec bouchon rodé, de capacité 50 ml, ISO 1042^[1], classe A.

3) Dynagard DG 4P/110/200 est un exemple de produit approprié disponible sur le marché. 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 des produits fournis. Des produits équivalents peuvent être utilisés s'il est démontré qu'ils conduisent aux mêmes résultats.

4) Des systèmes appropriés sont disponibles dans le commerce auprès de Dionex (<http://www.dionex.com>), Separations Analytical Instruments (<http://www.separations.nl>), Spark (<http://www.sparkholland.com>) et VWR-Hitachi (<http://www.vwr.com>). 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. Un produit équivalent peut être utilisé s'il est démontré qu'il peut conduire aux mêmes résultats.

7 Échantillonnage et préparation de l'échantillon pour essai

Il convient qu'un échantillon représentatif ait été envoyé au laboratoire. Il convient qu'il n'ait été ni endommagé ni modifié lors du transport ou 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 [2].

Préparer l'échantillon pour essai conformément à l'ISO 661.

8 Préparation des échantillons

8.1 Échantillons de la courbe étalon.

8.1.1 Huiles liquides.

Agiter l'échantillon étalon pour l'homogénéiser complètement. Ouvrir le bouchon de la fiole et transférer l'échantillon étalon dans une seringue jetable à usage unique (6.4) munie d'un filtre de 0,45 µm (6.3). Filtrer l'échantillon étalon dans une autre fiole (6.1) et la refermer hermétiquement avec un bouchon serti. Préparer trois échantillons étalons supplémentaires de 1,5 µg/kg. Ces échantillons étalons sont analysés en premier pour équilibrer le système.

8.1.2 Huile de palme, huile de coco et huiles solidifiées.

Pour éviter la cristallisation, diluer l'huile de coco, en appliquant un facteur de dilution d'au moins 1, avec l'huile de tournesol à blanc (5.3.3). Diluer l'huile de palme en appliquant un facteur de dilution de 5 avec de l'huile de tournesol à blanc (5.3.3). Le facteur de dilution à appliquer aux huiles solidifiées dépend de leur indice d'iode (degré de solidification).

ISO 22959:2009

Chauffer l'huile de palme, l'huile de coco et l'huile solidifiée comme indiqué ci-après.

Préchauffer la fiole bouchée contenant l'huile de palme ou l'huile de coco à environ 60 °C dans un bain-marie ou dans une étuve pendant environ 20 min. Secouer la fiole régulièrement pour homogénéiser l'huile.

Diluer les huiles solidifiées avec de l'huile de tournesol tiède (5.3.3), en appliquant un facteur de dilution compris entre 1 et 5. Si, après dilution, l'huile est toujours cristallisée, utiliser un ratio plus élevé d'huile de tournesol. Réaliser un essai préliminaire pour les huiles solidifiées afin de déterminer le facteur de dilution optimal.

Peser, à 0,000 1 g près, une quantité d'huile correspondant à 1 ml du mélange d'huile tiède dans une fiole (6.1).

NOTE Les densités relatives des différentes huiles sont indiquées dans le Tableau 2.

Ajouter 125 µl de propanol-2 (5.1.3) à l'aide d'une seringue (6.2) et boucher hermétiquement la fiole avec un bouchon serti. Agiter l'échantillon étalon afin de l'homogénéiser. Retirer le bouchon de la fiole et transférer l'échantillon dans une seringue jetable à usage unique (6.4) munie d'un filtre de 0,45 µm (6.3).

Filtrer l'échantillon étalon dans une autre fiole (6.1) et la refermer hermétiquement avec un bouchon serti. En cas de cristallisation, chauffer la fiole contenant l'échantillon étalon jusqu'à ce que l'huile se liquéfie (voir 6.5).

IMPORTANT — À défaut d'échantillonneur automatique chauffant, injecter l'échantillon liquide immédiatement. Il convient de ne pas laisser la fiole dans l'échantillonneur.

Préparer trois échantillons étalons supplémentaires de 1,5 µg/kg. Ces échantillons étalons sont analysés en premier pour équilibrer le système.