
**Lait et produits laitiers — Dosage des
pesticides organochlorés et des
polychlorobiphényles — Méthode par
chromatographie capillaire en phase
gazeuse-liquide avec détection à capture
d'électrons**

*Milk and milk products — Determination of organochlorine pesticides
and polychlorobiphenyls — Method using capillary gas-liquid
chromatography with electron-capture detection*

Document Preview

ISO 8260:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/43ebb315-c340-42c5-8285-4e6481d3c877/iso-8260-2008>



Numéros de référence
ISO 8260:2008(F)
FIL 130:2008(F)

© ISO et FIL 2008

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 et la FIL déclinent 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 et les comités nationaux de la FIL. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central de l'ISO à l'adresse donnée ci-dessous.

iTeh Standards
(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview

[ISO 8260:2008](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/43ebb315-c340-42c5-8285-4e6481d3c877/iso-8260-2008)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/43ebb315-c340-42c5-8285-4e6481d3c877/iso-8260-2008>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO et FIL 2008

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 soit de l'ISO soit de la FIL, à l'une ou l'autre des adresses ci-après.

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

Fédération Internationale de Laiterie
Diamant Building • Boulevard Auguste Reyers 80 • B-1030 Bruxelles
Tel. + 32 2 733 98 88
Fax + 32 2 733 04 13
E-mail info@fil-idf.org
Web www.fil-idf.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
Avant-propos.....	v
Introduction	vi
1 Domaine d'application.....	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions.....	1
4 Principe.....	2
5 Réactifs et matériaux.....	2
6 Appareillage	4
7 Échantillonnage	4
8 Préparation de l'échantillon pour essai.....	5
8.1 Lait.....	5
8.2 Lait concentré non sucré	5
8.3 Lait concentré sucré.....	5
8.4 Produits laitiers en poudre	5
8.5 Beurre et matière grasse butyrique	5
8.6 Fromage.....	5
8.7 Autres produits laitiers	5
9 Préparation de la prise d'essai	6
9.1 Extraction du lait.....	6
9.2 Extraction du lait concentré sucré, des produits laitiers en poudre, du beurre, de la matière grasse butyrique et du fromage	6
10 Mode opératoire	6
10.1 Généralités	6
10.2 Essai à blanc	6
10.3 Extraction cryogénique.....	6
10.4 Purification	7
10.5 Chromatographie en phase gazeuse	7
10.6 Résultats à blanc	8
11 Calcul et expression des résultats.....	8
11.1 Calcul du facteur de réponse	8
11.2 Expression du facteur de réponse.....	9
11.3 Calcul de la teneur en composé organochloré.....	9
11.4 Expression des résultats	9
11.5 Temps de rétention relatif.....	9
11.6 Expression du temps de rétention.....	9
12 Fidélité	10
12.1 Généralités	10
12.2 Répétabilité.....	10
12.3 Reproductibilité.....	10
13 Rapport d'essai	10
Annexe A (informative) Essai interlaboratoires	11
Annexe B (informative) Exemple de chromatogramme.....	12
Bibliographie	14

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 8260|FIL 130 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits alimentaires*, sous-comité SC 5, *Lait et produits laitiers*, et la Fédération Internationale de Laiterie (FIL). Elle est publiée conjointement par l'ISO et la FIL.

iteh Standards
(<https://standards.iteh.ai/>)
Document Preview

[ISO 8260:2008](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/43ebb315-c340-42c5-8285-4e6481d3c877/iso-8260-2008)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/43ebb315-c340-42c5-8285-4e6481d3c877/iso-8260-2008>

Avant-propos

La **FIL (Fédération Internationale de Laiterie)** est une organisation sans but lucratif représentant le secteur laitier mondial. Les membres de la FIL se composent des Comités Nationaux dans chaque pays membre et des associations laitières régionales avec lesquelles la FIL a signé des accords de coopération. Tout membre de la FIL a le droit de faire partie des Comités permanents de la FIL auxquels sont confiés les travaux techniques. La FIL collabore avec l'ISO pour l'élaboration de méthodes normalisées d'analyse et d'échantillonnage pour le lait et les produits laitiers.

Les projets de Normes internationales adoptés par les Équipes d'Action et les Comités permanents sont soumis aux Comités Nationaux pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 50 % au moins des Comités Nationaux de la FIL 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. La FIL ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

L'ISO 8260|FIL 130 a été élaborée par la Fédération Internationale de Laiterie (FIL) et le comité technique ISO/TC 34, *Produits alimentaires*, sous-comité SC 5, *Lait et produits laitiers*. Elle est publiée conjointement par la FIL et l'ISO.

L'ensemble des travaux a été effectuée par l'Équipe d'Action mixte ISO-FIL *Contaminants biologiques*, du Comité permanent chargé de *Méthodes analytiques pour additifs et contaminants*, sous la conduite de son chef de projet, Mr R. de Knecht (NL).

L'ISO 8260|FIL 130:2008 annule et remplace la FIL 130A:1991, qui a fait l'objet d'une révision technique.

[ISO 8260:2008](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/43ebb315-c340-42c5-8285-4e6481d3c877/iso-8260-2008)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/43ebb315-c340-42c5-8285-4e6481d3c877/iso-8260-2008>

Introduction

La présente Norme internationale a pour objet la recherche, la surveillance et le contrôle des composés organochlorés du lait et des produits laitiers par isolation de ces composés.

Dans le passé, les polychlorobiphényles (PCB) étaient généralement déterminés par des «méthodes empiriques» qui, la plupart du temps, consistaient en une «étude comparative des pics» par chromatographie en phase gazeuse avec détecteur à capture d'électrons (CPG-DCE) sur colonnes remplies. Des mélanges techniques, obtenus par perchloration en biphényles décachlorés (et détermination par CPG-DCE) ou par déchloration en biphényles, étaient utilisés comme référence. La détermination était effectuée par chromatographie liquide haute performance avec détecteur ultra-violet (CLHP-UV) ou par chromatographie en phase gazeuse à l'aide d'un détecteur à ionisation de flamme (CPG-DIF).

Les techniques susmentionnées présentent, quant au principe, trois inconvénients majeurs.

- 1) Du fait de la réduction de l'information sur le profil des PCB à un nombre unique (la «teneur en PCB»), les données concernant le profil de distribution des isomères sont inexploitées. Or, cette information est particulièrement utile pour connaître l'origine des contaminations et pour distinguer une contamination ancienne d'une contamination récente.
- 2) Les «teneurs en PCB» déterminées par les techniques mentionnées ci-dessus peut être obtenues selon différentes méthodes, car, dans la plupart des données concernant les PCB, la définition de la «teneur en PCB» n'est pas clairement spécifiée. En conséquence, la plupart des «teneurs en PCB» publiées ne peuvent être comparées et l'interprétation des données devient difficile. Les «teneurs en PCB» ne sont pas toujours définies comme étant la somme des isomères des chlorobiphényles présents dans l'échantillon, comme on pourrait s'y attendre.
- 3) Les chlorobiphényles sont des composés chimiques distincts dotés de caractéristiques spécifiques (par exemple biodégradabilité, effets toxicologiques et cumulatifs). Il serait donc fortement souhaitable de doser ces composés séparément.

Dans un sens très large, l'analyse des polychlorobiphényles doit être applicable au lait et aux produits laitiers, dans différents pays du monde. Pour y parvenir, les règles fondamentales suivantes s'appliquent:

- a) prendre en compte les différentes situations dans différents laboratoires, par exemple l'appareillage disponible, la formation du personnel de laboratoire, le budget disponible et les tâches spécifiques du laboratoire;
- b) définir l'objectif de l'analyse, par exemple aux fins de tri, de surveillance et de contrôle, dans le respect des limites légales, ou pour la recherche;
- c) déterminer simultanément la teneur en PCB et en pesticides organochlorés (POC);
- d) inclure, autant que possible, les données relatives au profil de répartition des isomères de PCB;
- e) définir clairement les teneurs à exprimer dans le rapport d'essai ;
- f) bien maîtriser la séparation entre PCB et POC de façon à éviter toute interférence.

Lait et produits laitiers — Dosage des pesticides organochlorés et des polychlorobiphényles — Méthode par chromatographie capillaire en phase gazeuse-liquide avec détection à capture d'électrons

AVERTISSEMENT — Il convient que l'utilisateur de la présente Norme internationale connaisse bien les pratiques courantes de laboratoire. La présente Norme n'a pas pour but de traiter tous les problèmes de sécurité qui sont, le cas échéant, liés à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur de la présente Norme internationale d'établir des pratiques appropriées en matière d'hygiène et de sécurité, et de s'assurer de la conformité à la réglementation nationale en vigueur.

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination des teneurs en pesticides organochlorés (POC) et en polychlorobiphényles (PCB) dans le lait, le lait concentré non sucré, le lait concentré sucré, les produits laitiers en poudre, le beurre et la matière grasse butyrique, le fromage et les autres produits laitiers.

La méthode est applicable au dosage des faibles niveaux de POC spécifiques, jusqu'à 5 µg de POC par kilogramme de matière grasse, et au dosage des faibles niveaux de PCB spécifiques, jusqu'à 2,5 µg de PCB par kilogramme de matière grasse, par chromatographie en phase gazeuse sur colonne capillaire avec détecteur à capture d'électrons (CPG-DCE).

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 14156| FIL 172, *Lait et produits laitiers — Méthodes d'extraction des lipides et des composés liposolubles*

3 Termes et définitions

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

3.1

teneurs en pesticides organochlorés (POC) et en polychlorobiphényles (PCB)

fractions massiques des pesticides organochlorés et des polychlorobiphényles déterminées selon le mode opératoire spécifié dans la présente Norme internationale

NOTE 1 Pour les produits contenant plus de 2 % de matière grasse, la teneur en composés organochlorés est exprimée en microgrammes ou en milligrammes par kilogramme de matière grasse.

NOTE 2 Pour les produits à faible teneur en matière grasse, contenant au plus 2 % de matière grasse, la teneur en composés organochlorés est exprimée en microgrammes ou en milligrammes par kilogramme de produit.

4 Principe

La matière grasse et les composés organochlorés sont extraits d'une prise d'essai. Les composés organochlorés sont isolés par extraction cryogénique et purifiés en deux étapes successives, à l'aide de cartouches SPE C18 et Florisil, respectivement.

L'éluat est concentré et dissous dans un volume approprié de *n*-hexane. Les composés organochlorés sont identifiés et dosés par chromatographie en phase gazeuse sur colonne capillaire, avec du trans-nonachlore comme étalon interne.

5 Réactifs et matériaux

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique reconnue et appropriés à l'analyse des résidus de pesticide. L'eau doit être de l'eau distillée ou de l'eau de pureté au moins équivalente, appropriée pour l'analyse des résidus de pesticide.

5.1 Acétonitrile (CH_3CN).

5.2 Chlorure de méthylène (CH_2Cl_2).

5.3 Éther de pétrole, dont le point d'ébullition se situe entre 40 °C et 60 °C, distillé, si nécessaire, sur une colonne de Raschig de longueur minimale 500 mm.

5.4 Éther diéthylique [$(\text{C}_2\text{H}_5)_2\text{O}$].

5.5 *n*-Hexane (C_6H_{14}), distillé, si nécessaire, sur une colonne de Raschig de longueur minimale 500 mm, ou **iso-octane** (C_8H_{18}).

5.6 Sulfate de sodium (Na_2SO_4).

5.7 Oxalate de sodium ($\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$).

5.8 Acétone (CH_3COCH_3).

5.9 Méthanol (CH_3OH).

5.10 Dodécane ($\text{C}_{12}\text{H}_{26}$).

5.11 Solvants d'élution, comme suit:

5.11.1 Solution de chlorure de méthylène et d'acétonitrile, (3 + 1).

Mélanger 3 volumes d'acétonitrile (5.1) avec 1 volume de chlorure de méthylène (5.2).

5.11.2 Solution I d'éther de pétrole et d'éther diéthylique, (1 + 1).

Mélanger 50 volumes d'éther de pétrole (5.3) avec 50 volumes d'éther diéthylique (5.4).

5.11.3 Solution II d'éther de pétrole et d'éther diéthylique, (98 + 2).

Mélanger 98 volumes d'éther de pétrole (5.3) avec 2 volumes d'éther diéthylique (5.4).

5.11.4 Solution III d'éther de pétrole et d'éther diéthylique, (85 + 15)

Mélanger 85 volumes d'éther de pétrole (5.3) avec 15 volumes d'éther diéthylique (5.4).

5.12 Cartouche SPE C18, de capacité 6 ml, contenant 1 g de matériau filtrant de granulométrie 45 µm, taille de pores 60 Å (par exemple Mega Bond Elut)¹⁾

5.13 Cartouche SPE Florisil¹⁾, de capacité 6 ml, contenant 1 g de matériau filtrant de granulométrie de 150 µm à 250 µm.

5.14 Solution étalon interne, comme suit:

5.14.1 Solution mère étalon interne de trans-nonachlore, $c(\text{C}_{10}\text{H}_5\text{Cl}_9) = 10 \text{ µg/ml}$.

5.14.2 Solution de travail d'étalon interne, contenant 1 000 ng/ml de trans-nonachlore.

Prélever à la pipette 5 ml de solution mère étalon interne de trans-nonachlore (5.14.1) et verser dans une fiole jaugée à un trait de 50 ml. Diluer au trait avec du *n*-hexane (ou de l'iso-octane) (5.5) et mélanger.

Ces concentrations sont données à titre indicatif uniquement et peuvent être modifiées selon les besoins.

Si les densités des solvants sont connues, les solutions peuvent également être préparées par gravimétrie.

5.15 Solutions étalons de POC et de PCB, comme suit:

5.15.1 Solutions mères étalons, contenant 10 µg/ml de chaque composé.

Préparer des solutions mères étalons séparées pour chacun des composés suivants par dissolution de 100 µg de chacun des composés dans du *n*-hexane (ou de l'iso-octane) (5.5) dans une fiole jaugée à un trait de 10 ml. Diluer au trait avec du *n*-hexane (ou de l'iso-octane) et mélanger.

HCB (C_6Cl_6); Endrine ($\text{C}_{12}\text{H}_8\text{Cl}_6\text{O}$); α -HCH ($\text{C}_6\text{H}_6\text{Cl}_6$); *pp'*-TDE ($\text{C}_{14}\text{H}_{10}\text{Cl}_4$); β -HCH ($\text{C}_6\text{H}_6\text{Cl}_6$); *op'*-DDT ($\text{C}_{14}\text{H}_9\text{Cl}_5$); γ -HCH ($\text{C}_6\text{H}_6\text{Cl}_6$); *pp'*-DDT ($\text{C}_{14}\text{H}_9\text{Cl}_5$); Heptachlore ($\text{C}_{10}\text{H}_5\text{Cl}_7$); *op'*-dicofol ($\text{C}_{14}\text{H}_9\text{Cl}_5\text{O}$); Aldrine ($\text{C}_{12}\text{H}_8\text{Cl}_6$); Dicofol ($\text{C}_{14}\text{H}_9\text{Cl}_5\text{O}$); Heptachlore époxyde ($\text{C}_{10}\text{H}_5\text{Cl}_7\text{O}$); Oxychlordane ($\text{C}_{10}\text{H}_4\text{Cl}_8\text{O}$); γ -chlordane ($\text{C}_{10}\text{H}_6\text{Cl}_8$); *op'*-DDE ($\text{C}_{14}\text{H}_8\text{Cl}_4$); α -endosulfan ($\text{C}_9\text{H}_6\text{Cl}_6\text{O}_3\text{S}$); α -chlordane ($\text{C}_{10}\text{H}_6\text{Cl}_8$); *pp'*-DDE ($\text{C}_{14}\text{H}_8\text{Cl}_4$); Dieldrine ($\text{C}_{12}\text{H}_8\text{Cl}_6\text{O}$); *op'*-TDE ($\text{C}_{14}\text{H}_{10}\text{Cl}_4$); 2,4,4'-trichlorobiphényle ($\text{C}_{12}\text{H}_7\text{Cl}_3$, IUPAC N° 28); 2,5,2',5'-tétrachlorobiphényle ($\text{C}_{12}\text{H}_6\text{Cl}_4$, IUPAC N° 52); 2,4,5,2',5'-pentachlorobiphényle ($\text{C}_{12}\text{H}_5\text{Cl}_5$, IUPAC N° 101); 2,3',4,4',5-pentachlorobiphényle ($\text{C}_{12}\text{H}_5\text{Cl}_5$, IUPAC N° 118); 2,4,5,2',4',5'-hexachlorobiphényle ($\text{C}_{12}\text{H}_4\text{Cl}_6$, IUPAC N° 153); 2,3,4,2',4',5'-hexachlorobiphényle ($\text{C}_{12}\text{H}_4\text{Cl}_6$, IUPAC N° 138); 2,3,4,5,2',4',5'-heptachlorobiphényle ($\text{C}_{12}\text{H}_3\text{Cl}_7$, IUPAC N° 180).

NOTE Ces concentrations sont données à titre indicatif uniquement.

Si les densités des solvants sont connues, les solutions peuvent également être préparées par gravimétrie.

5.15.2 Solutions de travail étalons I (1 µg /ml).

Prélever à la pipette 5 ml de chaque solution mère étalon (5.15.1) et les verser dans différentes fioles jaugées à un trait de 50 ml. Diluer au trait avec du *n*-hexane (ou de l'iso-octane) (5.5) et mélanger.

5.15.3 Solutions de travail étalons II (10 ng /ml).

Prélever à la pipette 1 ml de chaque solution de travail étalon I (5.15.2) dans différentes fioles jaugées à un trait de 100 ml. Diluer chaque solution au trait avec du *n*-hexane (ou de l'iso-octane) (5.5) et mélanger.

1) Mega Bond Elut® et Florisil® 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 ou la FIL approuvent ou recommandent l'emploi exclusif des produits ainsi désignés. Des produits équivalents peuvent être utilisés s'il est démontré qu'ils conduisent aux mêmes résultats.

NOTE Ces solutions de travail sont utilisées uniquement aux fins d'identification.

Si les densités des solvants sont connues, les solutions peuvent également être préparées par gravimétrie.

5.15.4 Solution de travail étalon III (10 ng de chaque composé/ml).

Préparer la solution de travail étalon III en mélangeant toutes les solutions de travail étalons I (5.15.2) et la solution de travail d'étalon interne de trans-nonachlore (5.14.2), comme suit:

Prélever à la pipette 1 ml de chaque solution de travail étalon I (5.15.2) et l'introduire dans une fiole jaugée à un trait de 100 ml. Ajouter 1 ml de la solution de travail d'étalon interne de trans-nonachlore (5.14.2) et mélanger. Diluer au trait avec du *n*-hexane (ou de l'iso-octane) (5.5) et de nouveau bien mélanger.

NOTE La solution de travail étalon III est utilisée aux fins de quantification.

Si les densités des solvants sont connues, les solutions peuvent également être préparées par gravimétrie.

6 Appareillage

Matériel courant de laboratoire et, en particulier, ce qui suit:

6.1 Balance analytique, d'une précision de 1 mg et d'une résolution de 0,1 mg.

6.2 Bain-marie, permettant de maintenir une température comprise entre 35 °C et 40 °C.

6.3 Bain-marie, permettant de maintenir une température comprise entre 40 °C et 60 °C.

6.4 Récipients de différentes tailles, munis d'un couvercle étanche, permettant d'homogénéiser les échantillons (de 8.2 à 8.4).

6.5 Centrifugeuse réfrigérée, capable de produire une accélération radiale de 1 200 *g* à –15 °C, équipée de tubes à centrifuger de volume minimal 5 ml.

6.6 Évaporateur rotatif, permettant une évaporation à une température comprise entre 35 °C et 40 °C, équipé d'un dispositif sous vide, d'un réfrigérant et de ballons d'évaporation.

6.7 Pipettes, de différentes tailles.

6.8 Chromatographe en phase gazeuse, équipé d'un détecteur à capture d'électrons, pour le dosage des POC et des PCB.

7 Échantillonnage

Il convient qu'un échantillon représentatif ait été envoyé au laboratoire et qu'il n'ait été ni endommagé ni modifié au cours du transport ou du stockage.

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 707/FIL 50.