

---

---

**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/09c13ceb-6ed7-4a51-be4f-1663ab51f9bd/iso-3890-1-2009>



Numéros de référence  
ISO 3890-1:2009(F)  
FIL 75-1:2009(F)

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

[ISO 3890-1:2009](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/09c13ceb-6ed7-4a51-be4f-1663ab51f9bd/iso-3890-1-2009)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/09c13ceb-6ed7-4a51-be4f-1663ab51f9bd/iso-3890-1-2009>



**DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT**

© ISO et FIL 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 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](mailto:copyright@iso.org)  
Web [www.iso.org](http://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](mailto:info@fil-idf.org)  
Web [www.fil-idf.org](http://www.fil-idf.org)

Publié en Suisse

## Sommaire

Page

|  |           |
|--|-----------|
| Avant-propos .....   | iv        |
| <b>1</b> <b>Domaine d'application .....</b>  | <b>1</b>  |
| <b>2</b> <b>Références normatives .....</b>  | <b>1</b>  |
| <b>3</b> <b>Termes et définitions .....</b>  | <b>2</b>  |
| <b>4</b> <b>Principe.....</b>  | <b>2</b>  |
| <b>5</b> <b>Exigences relatives aux réactifs et aux matériaux .....</b>  | <b>2</b>  |
| <b>6</b> <b>Exigences relatives à l'appareillage .....</b>   | <b>4</b>  |
| <b>7</b> <b>Échantillonnage.....</b>   | <b>6</b>  |
| <b>8</b> <b>Préparation de l'échantillon pour essai .....</b>  | <b>6</b>  |
| <b>8.1</b> <b>Lait .....</b>   | <b>6</b>  |
| <b>8.2</b> <b>Lait en poudre.....</b>  | <b>6</b>  |
| <b>8.3</b> <b>Lait concentré sucré .....</b>   | <b>6</b>  |
| <b>8.4</b> <b>Produits laitiers en poudre.....</b>   | <b>7</b>  |
| <b>8.5</b> <b>Beurre et matière grasse du beurre.....</b>  | <b>7</b>  |
| <b>8.6</b> <b>Fromage.....</b>   | <b>7</b>  |
| <b>8.7</b> <b>Autres produits laitiers .....</b>   | <b>7</b>  |
| <b>9</b> <b>Mode opératoire.....</b>   | <b>7</b>  |
| <b>9.1</b> <b>Généralités .....</b>  | <b>7</b>  |
| <b>9.2</b> <b>Extraction .....</b>   | <b>7</b>  |
| <b>9.3</b> <b>Purification .....</b>   | <b>7</b>  |
| <b>10</b> <b>Essais préliminaires .....</b>  | <b>8</b>  |
| <b>11</b> <b>Détermination quantitative .....</b>  | <b>8</b>  |
| <b>12</b> <b>Essais de confirmation .....</b>  | <b>8</b>  |
| <b>13</b> <b>Évaluation des résultats .....</b>  | <b>9</b>  |
| <b>13.1</b> <b>Calcul des résultats.....</b>   | <b>9</b>  |
| <b>13.2</b> <b>Présentation et expression des résultats .....</b>  | <b>9</b>  |
| <b>14</b> <b>Fidélité .....</b>  | <b>9</b>  |
| <b>14.1</b> <b>Évaluation de la fidélité.....</b>  | <b>9</b>  |
| <b>14.2</b> <b>Répétabilité .....</b>  | <b>10</b> |
| <b>14.3</b> <b>Reproductibilité .....</b>  | <b>10</b> |
| <b>14.4</b> <b>Limite de détermination .....</b>   | <b>10</b> |
| <b>15</b> <b>Rapport d'essai.....</b>  | <b>11</b> |
| <b>Annexe A (normative) Extraction de la matière grasse et des composés organochlorés et détermination de la teneur en matière grasse.....</b> | <b>12</b> |
| <b>Annexe B (informative) Analyse en présence de polychlorobiphényles (PCB) .....</b>  | <b>16</b> |
| <b>Bibliographie.....</b>  | <b>17</b> |

## 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 3890-1|FIL 75-1 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.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/09e17c3b-6ed7-4a51-bc4f-16627b5140b1/iso-3890-1-2009>

L'ISO 3890|FIL 75 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*

Cette deuxième édition de l'ISO 3890-1|FIL 75-1 annule et remplace la première édition (ISO 3890-1:2000), dont elle constitue une révision mineure.

## 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.

La tâche principale des Comités permanents est d'élaborer les Normes internationales. 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 3890-1|FIL 75-1 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 confié à l'ancien Groupe d'Experts mixte ISO-FIL (E12 — *Résidus de pesticides*) qui fait maintenant partie de l'Équipe d'Action mixte ISO-FIL *Contaminants organiques et résidus vétérinaires*, du Comité permanent chargé des *Méthodes analytiques pour additifs et contaminants*.

L'ISO 3890|FIL 75 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*

Cette édition de l'ISO 3890-1|FIL 75-1, conjointement à l'ISO 3890-2|FIL 75-2, annule et remplace la FIL 75C:1991, dont elle constitue une révision mineure.

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

ISO 3890-1:2009

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/09c13ceb-6ed7-4a51-be4f-1663ab51f9bd/iso-3890-1-2009>

# 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|FIL 75 peut impliquer l'utilisation de produits et la mise en œuvre de modes opératoires et d'appareillages à caractère dangereux. La présente partie de l'ISO 3890|FIL 75 ne prétend pas aborder tous les problèmes de sécurité qui sont liés à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur d'établir des pratiques appropriées en matière d'hygiène et de sécurité et de déterminer l'applicabilité des restrictions réglementaires avant de l'utiliser.

### 1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 3890|FIL 75 fournit des considérations générales et spécifie des méthodes d'extraction relatives à la détermination des résidus de pesticides organochlorés dans le lait et les produits laitiers.

Une méthode destinée aux produits à teneur élevée en matière grasse est spécifiée dans l'Annexe A.

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

Les méthodes sont applicables aux composés  $\alpha$ -HCH;  $\beta$ -HCH;  $\gamma$ -HCH; aldrine/dieldrine; heptachlore et heptachlore époxyde; isomères de DDT, DDE, TDE; chlordane et oxychlordane; et endrine. Certaines méthodes sont applicables aux composés  $\delta$ -kéto-endrine et HCB.

### 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 3890-2|FIL 75-2, *Laits et produits laitiers — Détermination des résidus de composés organochlorés (pesticides) — Partie 2: Méthodes d'essai pour la purification des extraits bruts et tests de confirmation*

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

ISO 5725-2, *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 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions 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|FIL 75

NOTE Elle 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).

### 4 Principe

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

Les résidus sont extraits 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.

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

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

L'identité des résidus de pesticides détectés est confirmée, en particulier dans les cas où le niveau maximal 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 conformément à l'ISO 8260|FIL 130<sup>[8]</sup>.

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

### 5 Exigences relatives aux réactifs et aux matériaux

#### 5.1 Généralités.

Sauf spécification contraire, 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 toutes les précautions 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 polytétrafluoroéthylène (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.

**5.2.1 Solvants.** Concentrer les solvants en tenant compte du facteur requis dans la méthode utilisée. Effectuer un test de pureté par CPG (voir 6.2). Le chromatogramme ne doit montrer aucune impureté interférente 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.

Tableau 1 — Application des méthodes aux différents composés

| Méthode | $\alpha$ -HCH <sup>a</sup> | $\beta$ -HCH <sup>a</sup> | $\gamma$ -HCH <sup>a</sup> | Aldrine/<br>dieldrine | Heptachlore<br>Heptachlore<br>époxyde | Isomères<br>de DDT <sup>b</sup> ,<br>DDE <sup>c</sup> ,<br>TDE <sup>d</sup> | Chlordane<br>Oxy-<br>chlordane | Endrine | $\delta$ -Kéto-<br>endrine | HCB <sup>e</sup> |
|---------|----------------------------|---------------------------|----------------------------|-----------------------|---------------------------------------|---|--------------------------------|---------|----------------------------|------------------|
| A       | +                          | +                         | +                          | +                     | +                                     | +   | +                              | +       | –                          | –                |
| B       | +                          | +                         | +                          | +                     | +                                     | +   | +                              | +       | –                          | –                |
| C       | +                          | +                         | +                          | +                     | +                                     | +   | +                              | +       | –                          | +                |
| D       | +                          | +                         | +                          | +                     | +                                     | +   | +                              | +       | –                          | +                |
| E       | +                          | +                         | +                          | +                     | +                                     | +   | +                              | +       | –                          | +                |
| F       | +                          | +                         | +                          | +                     | +                                     | +   | +                              | +       | +                          | +                |
| G       | +                          | +                         | +                          | +                     | +                                     | +   | +                              | +       | +                          | +                |
| H       | +                          | +                         | +                          | +                     | +                                     | +   | +                              | +       | –                          | +                |

Légende: + applicable  
 – non applicable

<sup>a</sup> HCH = hexachloro-1,2,3,4,5,6 cyclohexane  
<sup>b</sup> DDT = 1,1,1-trichloro-2,2-bis(4-chlorophényl)éthane  
<sup>c</sup> DDE = 1,1-dichloro-2,2-bis(4-chlorophényl)éthylène  
<sup>d</sup> TDE = 1,1-dichloro-2,2-bis(4-chlorophényl)éthane  
<sup>e</sup> HCB = hexachlorobenzène

**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 requis dans la méthode utilisée et effectuer un test de pureté par CPG (voir 6.2). Le chromatogramme ne doit montrer aucune impureté interférente 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 requis dans la méthode utilisée et effectuer un test de pureté par CPG (voir 6.2). Le chromatogramme ne doit montrer aucune impureté interférente 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 GPC (voir 6.2). Le chromatogramme ne doit montrer aucune impureté interférente dont la concentration excède la limite de détermination définie en 14.4. Vérifier régulièrement l'activité des adsorbants.

**5.2.6 Solutions étalons.** Utiliser des produits ayant une pureté d'au moins 95 % en fraction massique pour préparer les solutions étalons destinées à l'analyse des résidus de pesticides.

Conservés à une température de  $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ , ils sont généralement stables pendant au moins 1 an ou 2. 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 toutes les précautions 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 CPG peuvent être utilisées pour détecter les impuretés des étalons analytiques. L'expérience a montré que les fautes commises lors de la préparation, la manipulation et la conservation des étalons sont une source majeure d'erreur.

## 6 Exigences relatives à l'appareillage

**6.1 Généralités.** Nettoyer soigneusement toute la verrerie utilisée pour l'analyse des résidus. Une solution sulfochromique peut être utilisée pour le nettoyage. Si une telle solution est utilisée, bien laver la verrerie ensuite avec de l'eau distillée et de l'acétone avant de la sécher. Juste avant l'emploi, rincer à nouveau la verrerie avec le solvant qui sera utilisé.

Ne pas utiliser de bouchons en matière plastique ordinaire [par exemple en poly(chlorure de vinyle) (PVC)] 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, ne pas utiliser d'ampoules à décanter avec des bouchons ou des robinets en matière plastique. 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 spécifient 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-Danish<sup>1)</sup> (ou son équivalent) (voir Référence [13]), 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 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, prendre soin de s'assurer qu'ils n'entraînent aucune contamination. Vérifier l'absence de fuite autour de l'hélice située dans le fond de certains macérateurs. 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 Snyder<sup>1)</sup> (voir Référence [14]). 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

1) Exemple de produit approprié disponible sur le marché. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente partie de l'ISO 3890 | FIL 75 et ne signifie nullement que l'ISO ou la FIL approuvent ou recommandent l'emploi exclusif du produit ainsi désigné.

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 et doivent être équipés de supports permettant d'y placer les appareils qui y sont introduits.

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

**6.2 Appareil de chromatographie en phase gazeuse.** Utiliser un système approprié de CPG comportant de préférence des chauffages séparés pour l'injecteur, le détecteur et le 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 la CPG soit fonction de l'expérience de l'analyste, les recommandations suivantes sont formulées.

a) Les détecteurs à capture d'électrons (<sup>3</sup>H, <sup>63</sup>Ni) 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 <sup>3</sup>H 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 Gas Chrom Q<sup>2</sup>), le Chromosorb W-HP<sup>2</sup>), l'Anachrom Q<sup>2</sup>), ayant des plages de granulométrie de 60/80 mesh, 80/100 mesh et 100/120 mesh, ont été utilisés avec succès.]

d) Diverses phases stationnaires ou mélanges de phases stationnaires ont été utilisées avec succès en fonction de la quantité et du type de pesticide organochloré, comprenant entre autres:

- hydrocarbure: Apiezon L<sup>2)</sup>
- méthylsilicones: DC-11<sup>2)</sup>, DC-200<sup>2)</sup>, OV-1<sup>2)</sup>, QC-101<sup>2)</sup>, SP-2100<sup>2)</sup>, SE-30<sup>2)</sup>
- méthylphénylsilicones: OV-17<sup>2)</sup>, OV-61<sup>2)</sup>, OV-25<sup>2)</sup>, SP-2250<sup>2)</sup>, SE-52<sup>2)</sup>
- trifluoropropylméthylsilicones: QF-1<sup>2)</sup>, OV-210<sup>2)</sup>, SP-2401<sup>2)</sup>
- phénylcyanopropylméthylsilicones: OV-225<sup>2)</sup>, XE-60<sup>2)</sup>

Déposer les phases stationnaires sur le support avec soin, le rapport dépendant de la combinaison support et 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.

La chromatographie en phase gazeuse sur colonnes capillaires, dont le pouvoir de séparation est supérieur au pouvoir de séparation des colonnes remplies, est devenue une technique importante. La technique capillaire est conseillée spécialement pour des extraits complexes. Cependant, des précautions doivent être prises pour utiliser des capillaires aux parois en verre inerte, autrement, au niveau du picogramme, les

2) Exemple de produit approprié disponible sur le marché. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente partie de l'ISO 3890|FIL 75 et ne signifie nullement que l'ISO ou la FIL approuvent ou recommandent l'emploi exclusif du produit ainsi désigné.