

---

---

**Corps gras d'origines animale et  
végétale — Détermination des éléments  
traces par spectrométrie d'émission  
optique à plasma induit par haute  
fréquence (ICP-OES)**

*Animal and vegetable fats and oils — Determination of trace elements  
by inductively coupled plasma optical emission spectroscopy (ICP-OES)*  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO/TS 21033:2011](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7501add6-9650-41bf-a513-0d38482a3b01/iso-ts-21033-2011)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7501add6-9650-41bf-a513-0d38482a3b01/iso-ts-21033-2011>



**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/TS 21033:2011](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7501add6-9650-41bf-a513-0d38482a3b01/iso-ts-21033-2011)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7501add6-9650-41bf-a513-0d38482a3b01/iso-ts-21033-2011>



**DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT**

© ISO 2011

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](mailto:copyright@iso.org)  
Web [www.iso.org](http://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.

Dans d'autres circonstances, en particulier lorsqu'il existe une demande urgente du marché, un comité technique peut décider de publier d'autres types de documents normatifs:

- une Spécification publiquement disponible ISO (ISO/PAS) représente un accord entre les experts dans un groupe de travail ISO et est acceptée pour publication si elle est approuvée par plus de 50 % des membres votants du comité dont relève le groupe de travail;
- une Spécification technique ISO (ISO/TS) représente un accord entre les membres d'un comité technique et est acceptée pour publication si elle est approuvée par 2/3 des membres votants du comité.

Une ISO/PAS ou ISO/TS fait l'objet d'un examen après trois ans afin de décider si elle est confirmée pour trois nouvelles années, révisée pour devenir une Norme internationale, ou annulée. Lorsqu'une ISO/PAS ou ISO/TS a été confirmée, elle fait l'objet d'un nouvel examen après trois ans qui décidera soit de sa transformation en Norme internationale soit de son annulation.

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/TS 21033 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/TS 21033:2011](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7501add6-9650-41bf-a513-0d38482a3b01/iso-ts-21033-2011)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7501add6-9650-41bf-a513-0d38482a3b01/iso-ts-21033-2011>

# Corps gras d'origines animale et végétale — Détermination des éléments traces par spectrométrie d'émission optique à plasma induit par haute fréquence (ICP-OES)

## 1 Domaine d'application

La présente Spécification technique spécifie une méthode d'analyse par spectrométrie d'émission optique avec source à plasma induit par haute fréquence (ICP-OES) pour déterminer la teneur en éléments traces des huiles. Selon le solvant de dilution utilisé, la plupart des types d'huiles végétales peuvent être analysés (huiles brutes, dégommees, raffinées, décolorées, désodorisées et hydrogénées) et presque tous les types de lécithines et de phospholipides.

Cette méthode convient seulement lorsque les éléments sont présents sous forme solubilisée. De fines particules comme la terre décolorante, les particules métalliques et la rouille peuvent donner un faible taux de récupération des éléments traces présents car l'analyse par ICP-OES est affectée par des problèmes liés à la nébulisation et à l'atomisation.

NOTE La seule méthode directe sans calcination préalable appropriée aux échantillons contenant de fines particules est la spectrométrie d'absorption atomique utilisant un four en graphite.

## 2 Références normatives

[ISO/TS 21033:2011](#)

[http://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7501add6-9650-41bf-a513-0d38482a3b01/iso-ts-21033-2011](#)

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 (y compris les éventuels amendements) s'applique.

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

#### élément trace

élément présent en très faible concentration

NOTE La teneur en éléments traces est exprimée en milligrammes par kilogramme.

## 4 Principe

Des huiles végétales diluées dans un solvant sont analysées afin de déterminer leur teneur en éléments traces par aspiration directe. Les échantillons liquides sont nébulisés et transportés jusqu'à la source d'excitation par un courant gazeux. Les atomes sont quantifiés par mesurage des raies d'émission spécifiques produites par le retour à l'état fondamental d'atomes de niveaux d'énergie élevés.

## 5 Réactifs

**AVERTISSEMENT** — L'attention est attirée sur les réglementations nationales traitant de la manipulation des substances dangereuses ainsi que sur les obligations y afférentes de l'utilisateur. Les mesures de sécurité sur les plans technique, organisationnel et du personnel doivent être suivies.

Sauf indication contraire, utiliser des réactifs spécifiés dans l'ISO 6353-2<sup>[4]</sup> et l'ISO 6353-3<sup>[5]</sup>, le cas échéant, sinon utiliser des réactifs de qualité analytique reconnue.

**5.1 1-Butanol**, ISO 6353-3<sup>[5]</sup>.

**5.2 Kérosène**.

**5.3 Xylène**, ISO 6353-3<sup>[5]</sup>.

**5.4 Éléments étalons**, présents en solution sous forme de matériau organique soluble<sup>1)</sup>. Des étalons multi-éléments peuvent être utilisés.

**5.5 Base huile [base huile 20 ou base huile 75 de la société Accu-Standard<sup>1)</sup>**, utilisable pour contrôler l'huile à blanc utilisée et diluer les solutions étalons en cas de besoin.

## 6 Appareillage

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

**6.1 Spectromètre d'émission optique à plasma induit par haute fréquence.**

**6.2 Balance analytique**, permettant de peser à 0,001 g près et ayant une précision d'affichage de 0,000 1 g.

**6.3 Four**, pouvant être maintenu à une température de  $(60 \pm 2)$  °C.

**6.4 Agitateur-mélangeur inclinable.**

**6.5 Fioles jaugées**, d'une capacité de 100 ml.

## 7 Échantillonnage

L'échantillonnage ne fait pas partie de la méthode spécifiée dans la présente Spécification technique. Une méthode d'échantillonnage recommandée est donnée dans l'ISO 5555<sup>[1]</sup>.

Il est important que le laboratoire reçoive un échantillon réellement représentatif, n'ayant pas été endommagé ou modifié pendant le transport ou l'entreposage.

## 8 Préparation de l'échantillon pour essai

Préparer les échantillons pour essai conformément à l'ISO 661, mais il convient de ne pas clarifier les échantillons.

---

1) SPEX et Accu-Standard sont des exemples de produits appropriés disponibles sur le marché. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs du présent document et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif des produit ainsi désignés.

## 9 Mode opératoire

### 9.1 Généralités

**9.1.1** Faire fondre les échantillons solides à environ 10 °C au-dessus de leur point de fusion et les mélanger avant dilution. Maintenir au chaud l'échantillon dilué et veiller à ce qu'il reste en solution pendant toute l'analyse. Pour l'analyse des corps gras hydrogénés, la température maximale est de 60 °C.

**9.1.2** Tous les échantillons, étalons et blancs sont dilués (fractions volumiques égales) avec du 1-butanol (kérosène ou xylène) pour réduire la viscosité de l'huile en vue de faciliter la nébulisation. Certains échantillons sont plus solubles dans le 1-butanol que d'autres.

Le 1-butanol est préférable au kérosène car il présente une meilleure tolérance à l'humidité et permet d'obtenir un débit supérieur avec une pression plus importante sans éteindre la torche. Cette tolérance accrue à l'humidité permet d'analyser des huiles brutes et des lécithines sans séparation des phases. Un débit accru permet d'améliorer les limites de détection.

Si l'on utilise du kérosène ou du xylène, toutes les conditions de fonctionnement de l'instrument, par exemple le débit de la pompe, sont modifiées par rapport à celles fixées pour le 1-butanol. Par conséquent, l'analyse doit être normalisée et toutes les analyses doivent être réalisées en dissolvant tous les étalons, blancs et échantillons dans le même solvant.

**9.1.3** Allumer la torche à plasma et la laisser chauffer. L'instrument est configuré avec une lampe à vapeur de mercure. Les éléments peuvent être détectés aux raies d'émission principales (voir Tableau 1). D'autres raies d'émission et des instructions relatives au réglage des instruments sont données dans l'EN 14538:2006<sup>[6]</sup>.

**Tableau 1 — Principales raies d'émission et limites de détection**

Élément	Limites de détection courantes	Raie d'émission principale	
	mg/kg	nm	
Cadmium	— <sup>a</sup>	226,5	214,4
Calcium	0,05	315,9	393,3
Cuivre	0,05	324,7	
Fer	0,05	259,9	
Plomb	— <sup>a</sup>	220,4	
Magnésium	0,05	285,2	
Nickel	0,05	231,6	
Silicium	0,1	251,6	
Sodium	0,1	588,9	

<sup>a</sup> Non rapporté à la date de publication.

**9.1.4** Étalonner l'instrument comme spécifié en 9.3 et analyser tous les échantillons en triple.

NOTE Une dérive d'étalonnage a été relevée. Elle peut être due à l'accumulation de carbone sur l'embout de l'injecteur.

## 9.2 Préparation des étalons

### 9.2.1 Blanc

En général, on utilise de l'huile de soja raffinée et décolorée ou toute autre huile, dont on sait qu'elle est exempte d'éléments traces. L'huile à blanc est diluée selon un rapport de 1 + 1 comme décrit dans le mode opératoire d'échantillonnage. Une base huile 20 ou 75 (5.5) est utilisée comme blanc de référence absolu afin de démontrer que l'huile à blanc est dépourvue d'éléments traces.

### 9.2.2 Étalons

L'étalon est préparé à partir d'étalons organiques mono-éléments, disponibles dans le commerce. Peser l'étalon avec exactitude et ajouter suffisamment d'huile à blanc pour obtenir un total de 50,00 g. Ajouter 50,00 g de solvant (1-butanol, kérosène ou xylène) pour obtenir une dilution de 1 + 1.

Une seule concentration étalon suffit mais le fait d'utiliser jusqu'à quatre étalons multi-éléments et multi-niveaux permet d'obtenir un meilleur étalonnage pour la linéarité et l'exactitude. Il convient que les différents niveaux comprennent des étalons à 2,5 mg/kg, 5 mg/kg et 10 mg/kg selon la gamme de valeurs attendues.

Si l'on utilise un étalon interne, il peut être pesé avec les éléments à doser ou être incorporé au solvant de dilution afin d'obtenir une valeur de 10 mg/kg, ce qui correspond à la quantité ajoutée à l'échantillon.

## 9.3 Étalonnage

Analyser l'huile à blanc et les bases huiles 20 ou 75 diluées, à la longueur d'onde spécifiée pour l'élément ou les éléments étudiés.

Analyser les solutions étalons (9.2.2) aux longueurs d'onde choisies.

Les blancs, les échantillons et les étalons sont analysés trois fois afin de déterminer leur teneur en éléments traces, puis les moyennes sont calculées.

Les étalons et le blanc sont analysés au moins une fois tous les dix échantillons et l'instrument est ré-étalonné si nécessaire. Pour une bonne exactitude, utiliser un domaine d'étalonnage étroit (0 mg/kg à 25 mg/kg de chaque élément). Bien que le domaine de linéarité soit un peu plus large, il convient de diluer les échantillons pour essai afin de maintenir la teneur en élément(s) trace(s) à l'intérieur du domaine d'étalonnage.

## 9.4 Préparation des étalons

Peser  $2,5 \text{ g} \pm 0,02 \text{ g}$  d'échantillon dans un tube échantillonneur et diluer avec 2,5 g de 1-butanol (kérosène ou xylène) délivré par une pipette automatique. Boucher le tube et le retourner 40 fois à 50 fois à l'aide d'un agitateur-mélangeur.

Diluer 0,2 g de lécithines (jusqu'à 100% d'insoluble à l'acétone) avec de l'huile de soja de référence pour obtenir 5,0 g, puis diluer de nouveau avec du 1-butanol jusqu'à l'obtention de 10 g. Mélanger les échantillons sur un agitateur-mélangeur inclinable pendant 1 h, puis diluer suivant un rapport de 1 → 10 avec un mélange d'huile à blanc et de 1-butanol selon un rapport de 1 + 1 pour aboutir à une dilution totale de 1 → 500.

## 10 Calcul

Le calcul est intégré à la plupart des programmes associés aux appareils. Les aires mesurées à partir d'étalons connus sont intégrées dans une formule de régression linéaire. À partir de cette relation, il est possible de déterminer les concentrations sur la base des aires mesurées pour les échantillons. La plupart des programmes sont capables d'étudier la présence de quatre éléments différents.

Il est important d'inclure le facteur de dilution correct.



## 11 Fidélité

### 11.1 Essai interlaboratoires

Les détails des essais interlaboratoires relatifs à la fidélité de la méthode sont récapitulés à l'Annexe A. Les valeurs obtenues à partir de ces essais peuvent ne pas être applicables à des plages de concentration et à des matrices autres que celles indiquées.

### 11.2 Répétabilité

La différence absolue entre deux résultats d'essai individuels indépendants, obtenus à l'aide des mêmes méthodes sur un matériau d'essai identique soumis à essai dans le même laboratoire par le même opérateur utilisant le même appareillage dans un court intervalle de temps, ne dépassera pas la limite de répétabilité  $r$  indiquée à l'Annexe A.

### 11.3 Reproductibilité

La différence absolue entre deux résultats d'essai individuels obtenus à l'aide de la même méthode sur un matériau identique soumis à essai dans différents laboratoires par des opérateurs différents utilisant un appareillage différent, ne dépassera pas la limite de reproductibilité  $R$  indiquée à l'Annexe A.

## 12 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir au moins les informations suivantes:

- a) toutes les informations nécessaires à l'identification complète de l'échantillon;
- b) la méthode d'échantillonnage utilisée, si elle est connue;  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7501add6-9650-41bf-a513-0d38482a3b01/iso-ts-21033-2011>
- c) la méthode d'essai utilisée, avec une référence à la présente Spécification technique (ISO/TS 21033:2011);
- d) tous les détails opératoires non spécifiés dans la présente Spécification technique, ou considérés comme facultatifs, ainsi que les détails des incidents éventuels susceptibles d'avoir influé sur le ou les résultats d'essai;
- e) le ou les résultats d'essai obtenus;
- f) si la répétabilité a été vérifiée, le résultat final cité ayant été obtenu.