

---

---

**Corp gras d'origines animale et  
végétale — Détermination des  
hydrocarbures aliphatiques en corps  
gras d'origines végétale**

*Animal and vegetable fats and oils — Determination of aliphatic  
hydrocarbons in vegetable oils*

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

ISO 17780:2015

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/17727033-f2fe-4d65-8c3c-06b9f2396f6e/iso-17780-2015>



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

ISO 17780:2015

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/17727033-f2fe-4d65-8c3c-06b9f2396f6e/iso-17780-2015>



**DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT**

© ISO 2015, Publié en Suisse

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, 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, l'affichage sur l'internet ou sur un Intranet, sans autorisation écrite préalable. Les demandes d'autorisation peuvent être adressées à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office  
Ch. de Blandonnet 8 • CP 401  
CH-1214 Vernier, Geneva, Switzerland  
Tel. +41 22 749 01 11  
Fax +41 22 749 09 47  
copyright@iso.org  
www.iso.org

## Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
Introduction.....	v
<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>1</b>
<b>4</b> <b>Principe</b> .....	<b>2</b>
<b>5</b> <b>Réactifs</b> .....	<b>2</b>
<b>6</b> <b>Appareillage</b> .....	<b>4</b>
<b>7</b> <b>Échantillonnage</b> .....	<b>5</b>
<b>8</b> <b>Préparation de l'échantillon pour essai</b> .....	<b>5</b>
<b>9</b> <b>Mode opératoire</b> .....	<b>5</b>
9.1    Préparation de la colonne de chromatographie.....	5
9.1.1    Préparation du gel de silice imprégné d'AgNO <sub>3</sub> .....	5
9.1.2    Garnissage de la colonne.....	5
9.2    Élution de la fraction d'hydrocarbures.....	6
9.3    Chromatographie en phase gazeuse.....	6
9.3.1    Réglage de l'appareillage.....	6
9.3.2    Conditions opératoires de l'analyse par chromatographie en phase gazeuse.....	6
9.3.3    Identification des pics.....	7
9.3.4    Performances du système de chromatographie en phase gazeuse.....	7
9.4    Essai à blanc.....	7
9.5    Dosage quantitatif.....	8
<b>10</b> <b>Dosage des hydrocarbures susceptibles d'être d'origine minérale</b> .....	<b>11</b>
<b>11</b> <b>Fidélité</b> .....	<b>11</b>
11.1    Essais interlaboratoires.....	11
11.2    Répétabilité.....	11
11.3    Reproductibilité.....	12
<b>12</b> <b>Rapport d'essai</b> .....	<b>12</b>
<b>Annexe A (informative) Exemples de chromatogrammes</b> .....	<b>13</b>
<b>Annexe B (informative) Validation de la purification sur gel de silice imprégné de nitrate d'argent</b> .....	<b>18</b>
<b>Annexe C (informative) Mode opératoire de la méthode rapide</b> .....	<b>20</b>
<b>Annexe D (informative) Extraction de la matière grasse d'un échantillon alimentaire</b> .....	<b>24</b>
<b>Annexe E (informative) Résultats des essais interlaboratoires</b> .....	<b>27</b>
<b>Bibliographie</b> .....	<b>30</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 (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir [www.iso.org/directives](http://www.iso.org/directives)).

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. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir [www.iso.org/brevets](http://www.iso.org/brevets)).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'OMC concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: [Avant-propos — Informations supplémentaires](http://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/17727033-121e-4d05-8c3c-06b9f2396f6e/iso-17780-2015).

Le comité chargé de l'élaboration du présent document est l'ISO/TC 34, *Produits alimentaires*, Sous-comité SC 11, *Corps gras d'origines animale et végétale*.

## Introduction

La majorité des hydrocarbures saturés présents dans les huiles végétales sont des *n*-alcane à chaîne longue, contenant plus de 21 atomes de carbone et dont le nombre d'atomes de carbone est de préférence impair.[1]

Les huiles minérales peuvent contenir des *n*-alcane possédant jusqu'à 60 atomes de carbone sans prédominance d'atomes de carbone de nombre impair. Les chromatogrammes des huiles minérales obtenus par cette méthode se caractérisent par un pic large dû à la présence d'un mélange complexe d'hydrocarbures saturés, ramifiés et cycliques. Les huiles minérales à basse et moyenne viscosité se distinguent généralement par un mélange complexe de longueurs de chaîne comprises entre C10 et C25, alors que les huiles minérales à haute viscosité sont caractérisées par un mélange complexe dont la longueur de chaîne moyenne avoisine C30.[2] Le Comité mixte FAO/OMS d'experts des additifs alimentaires (JECFA) a fixé plusieurs DJA pour les huiles minérales (2002), en scindant les huiles minérales à basse-moyenne viscosité en 3 différentes sous-classes en fonction du niveau de toxicité. La présente méthode ne permet pas de distinguer les différentes classes.

Les chromatogrammes de gasoil se caractérisent par la présence de *n*-alcane de longueurs de chaîne comprises entre C10 et C25 sans prédominance d'atomes de carbone de nombre impair, c'est-à-dire que les hydrocarbures à nombres d'atomes de carbone pair et impair sont présents en proportions sensiblement égales.

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

ISO 17780:2015

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/17727033-f2fe-4d65-8c3c-06b9f2396f6e/iso-17780-2015>

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

ISO 17780:2015

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/17727033-f2fe-4d65-8c3c-06b9f2396f6e/iso-17780-2015>

# Corp gras d'origines animale et végétale — Détermination des hydrocarbures aliphatiques en corps gras d'origines végétale

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode applicable pour le dosage des hydrocarbures aliphatiques saturés de C10 à C56 d'origine naturelle présents dans les huiles végétales, ainsi que pour détecter la présence d'huile minérale et de gasoil.

La méthode est applicable à tous les types de corps gras comestibles bruts et raffinés, pour des concentrations d'huiles minérales allant de 50 mg/kg à 1 000 mg/kg.

L'[Annexe C](#) propose une méthode de dosage rapide pour les huiles raffinées et vierges (ou pressées à froid). Cette méthode rapide ne convient pas pour les huiles brutes en raison d'un défaut de rétention des triglycérides observé pour certains échantillons.

L'[Annexe D](#) propose une méthode de récupération de la matière grasse des échantillons alimentaires par extraction soxhlet, en utilisant un mélange de solvants.

## 2 Références normatives

Les documents ci-après, dans leur intégralité ou non, sont des références normatives indispensables à 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

#### teneur en hydrocarbures

somme des hydrocarbures aliphatiques saturés, exprimée en fraction massique et déterminée suivant la méthode spécifiée

### 3.2

#### mélange complexe non résolu

#### UCM

mélange complexe d'hydrocarbures saturés non résolu par chromatographie en phase gazeuse, représenté par un pic large, qui peut être dû à une contamination par une huile minérale

Note 1 à l'article: La largeur du pic est de 5 min à 15 min environ, selon les conditions de la chromatographie en phase gazeuse.

Note 2 à l'article: Voir les chromatogrammes concernés de l'[Annexe A](#).

### 3.3

#### gasoil

somme des *n*-alcane saturés de longueurs de chaîne C10-C25, exprimée en fraction massique et déterminée suivant la méthode spécifiée

Note 1 à l'article: Voir les chromatogrammes concernés de l'[Annexe A](#).

## 4 Principe

Les hydrocarbures aliphatiques saturés de l'échantillon sont isolés par chromatographie en phase liquide sur gel de silice imprégné de nitrate d'argent, et dosés par chromatographie en phase gazeuse sur colonne capillaire avec une détection à ionisation de flamme en utilisant un étalon interne. En partant du chromatogramme, l'aire attribuée à l'huile minérale est calculée en soustrayant les pics fins dus aux *n*-alcane (hydrocarbures présents à l'état naturel) de l'aire totale incluant l'UCM. Pour indiquer la contamination par du gasoil, les aires des pics de chaque hydrocarbure de longueur de chaîne comprise entre C10 et C25 sont additionnées et quantifiées collectivement.

## 5 Réactifs

**AVERTISSEMENT** — L'attention des lecteurs est attirée sur la réglementation nationale qui spécifie la manipulation des substances dangereuses, ainsi que sur les obligations sous-jacentes des utilisateurs. Les mesures de sécurité sur les plans technique, organisationnel et personnel doivent être suivies.

Sauf spécification contraire, les réactifs utilisés doivent uniquement être de qualité analytique reconnue.

**5.1 Gel de silice 60<sup>1)</sup>**, extra pur pour chromatographie sur colonne avec une taille de particules comprise entre 60 µm et 200 µm (70 et 230 mesh).

**5.2 Eau**, distillée et refroidie jusqu'à la température ambiante.

**5.3 Sulfate de sodium anhydre**, de qualité analytique et de pureté au moins égale à 99 %.

NOTE Le sulfate de sodium peut être remplacé par du sable de mer lavé au *n*-hexane.

**5.4 *n*-hexane**, pour l'analyse des traces de composés organiques, au moins 99 % de pureté, résidu après évaporation de 2 mg/kg max.

NOTE 1 La pureté de l'hexane peut être contrôlée en concentrant 200 ml de *n*-hexane mélangé à 2 ml de solution étalon interne (5.6) à l'aide d'un évaporateur rotatif, en reprenant le résidu dans 0,2 ml de *n*-hexane et en effectuant l'analyse de 5 µl par chromatographie en phase gazeuse (9.3).

NOTE 2 Le *n*-hexane peut être remplacé par de l'isooctane, du *n*-heptane ou un mélange d'alcane à point d'ébullition compris entre 65 et 70 °C, sous réserve que le résidu après évaporation atteigne au maximum 2 mg/kg. L'évaporation des solvants dont le point d'ébullition est supérieur à celui du *n*-hexane est plus longue. Ils sont toutefois préférés en raison de la toxicité de l'hexane.

**5.5 Étalon interne: *n*-octadécane (C18)**, au moins 99 % de pureté.

Le *n*-octadécane peut être remplacé par le *n*-eicosane (C20). Avant de choisir l'un de ces deux composés comme étalon interne, il convient de vérifier qu'aucune co-élution ne se produit avec d'autres pics de l'échantillon à analyser.

---

1) Ce gel de silice est disponible auprès de Merck, sous la référence 7754 ou 7734. Cette référence est un exemple de produit adapté disponible sur le marché. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente Norme internationale et ne saurait constituer un engagement de l'ISO à l'égard de ce produit.



Le *n*-octadécane doit être remplacé par le naphthalène si l'échantillon est contaminé par un gasoil, afin d'éviter le chevauchement des pics de l'étalon interne avec les pics de l'alcane à quantifier.

**5.6 Solution étalon interne**, concentration massique  $\rho = 0,04$  mg/ml.

À titre d'exemple, peser au mg près, environ 50 mg de *n*-octadécane (5.5) et les diluer dans 25 ml avec du *n*-hexane (5.4), puis procéder à une seconde dilution de ce mélange à raison de 1 ml → 50 ml avec du *n*-hexane. Conserver cette solution à température ambiante afin de maintenir sa stabilité.

**5.7 *n*-Décane (C10)**, au moins 99 % de pureté.

**5.8 Solution de *n*-décane**, concentration massique  $\rho = 0,04$  mg/ml.

À titre d'exemple, peser au mg près, environ 50 mg de *n*-décane et les diluer dans 25 ml avec du *n*-hexane (5.4), puis procéder à une seconde dilution de ce mélange à raison de 1 ml → 50 ml avec du *n*-hexane. Conserver cette solution à température ambiante afin de maintenir sa stabilité.

**5.9 Octatétracontane (C48)**, au moins 99 % de pureté. Cet étalon est utilisé pour limiter l'intégration de l'enveloppe à un certain temps de rétention qui correspondra à celui de cet hydrocarbure.

**5.10 Solution d'octatétracontane**, concentration massique  $\rho = 0,08$  mg/ml environ.

À titre d'exemple, peser au mg près, environ 2 mg d'octatétracontane (5.9) et les diluer dans 25 ml avec du *n*-hexane (5.4). Conserver cette solution à température ambiante afin de maintenir sa stabilité.

NOTE La solubilité de l'octatétracontane dans l'hexane est limitée à température ambiante, en raison de son point de fusion élevé. Cependant, la concentration de la solution d'octatétracontane ne doit pas nécessairement être précise car elle sert uniquement à déterminer la limite d'intégration pour le pic de l'huile minérale.

**5.11 Nitrate d'argent (AgNO<sub>3</sub>)**, de qualité analytique.

**5.12 Solution aqueuse de nitrate d'argent**, concentration massique  $\rho = 0,75$  g/ml.

À titre d'exemple, pour préparer un gel de silice au nitrate d'argent pour 3 colonnes, peser environ 4,5 g de nitrate d'argent dans 6 ml d'eau distillée (5.2).

**5.13 Gaz vecteur pour chromatographie en phase gazeuse**, hélium ou hydrogène.

**5.14 Gaz auxiliaires pour détecteur à ionisation de flamme**, hydrogène, air et azote appropriés pour la chromatographie en phase gazeuse.

**5.15 Mélange étalon d'alcane C10 à C40<sup>2)</sup>**, en solution dans solvant apolaire.

**5.16 Paraffine visqueuse et paraffine fortement liquide<sup>3)</sup>**, en solution dans solvant apolaire.

2) Un mélange étalon d'alcane à 50 mg/l est disponible auprès de Sigma-Aldrich, sous la référence 68281 ([www.sigmaaldrich.com](http://www.sigmaaldrich.com)). Cette référence est un exemple de produit adapté disponible sur le marché. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente Norme internationale et ne saurait constituer un engagement de l'ISO à l'égard de ce produit.

3) Une paraffine visqueuse est disponible auprès de Merck, sous la référence 107160. Une paraffine fortement liquide est disponible auprès de Merck, sous la référence 107174. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente Norme internationale et ne saurait constituer un engagement de l'ISO à l'égard de ce produit.

**5.17 Solution de paraffine et de *n*-octadécane**, concentration massique de la paraffine  $\rho = 0,5$  mg/ml, concentration du *n*-octadécane  $\rho = 0,08$  mg/ml.

À titre d'exemple, peser au mg près, environ 500 mg de paraffine visqueuse (5.16) et 80 mg de *n*-octadécane (5.5) et les diluer dans 10 ml avec du *n*-hexane (5.4), puis procéder à une seconde dilution de ce mélange à raison de 1 ml → 100 ml avec du *n*-hexane. Conserver cette solution à température ambiante afin de maintenir sa stabilité.

## 6 Appareillage

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

**IMPORTANT** — Avant son utilisation pour le dosage, la verrerie doit être soigneusement nettoyée et rincée au *n*-hexane (5.4) afin d'en éliminer les impuretés.

**6.1 Colonne de chromatographie en verre** (30 cm à 40 cm de longueur et 15 mm à 20 mm de diamètre intérieur), équipée de disques en verre fritté et d'un robinet d'arrêt en polytétrafluoroéthylène (PTFE).

NOTE Les disques en verre fritté présents dans la colonne en verre peuvent être remplacés par un morceau de coton préalablement soumis de façon exhaustive à une extraction par du *n*-hexane.

**6.2 Baguettes de verre.**

**6.3 Ballons à fond rond**, de 250 ml et 500 ml.

**6.4 Évaporateur rotatif**, sous vide et avec bain-marie à 35 °C (recommandé). Il convient d'éviter toute contamination croisée. Nettoyer méticuleusement le système entre les analyses.

**6.5 Évaporateur automatique**<sup>4)</sup>, pour tube de 10 ml (facultatif), conditions opératoires recommandées: température du bain-marie à 35 °C, pression d'azote = 5 psi.

**6.6 Flacons coniques en verre pour échantillons**, de 10 ml.

**6.7 Chromatographe en phase gazeuse**, pouvant être utilisé avec une colonne capillaire, équipé d'un injecteur de type «on-column» ou d'un dispositif équivalent, d'un four à température programmable et d'un détecteur à ionisation de flamme (FID).

NOTE Un injecteur de vaporisation à température programmée (PTV) peut également être utilisé.

**6.8 Système d'acquisition de données**, avec possibilité d'intégration manuelle.

**6.9 Colonne capillaire**, programmable jusqu'à 400 °C (de type «haute température») et pour laquelle les caractéristiques suivantes sont recommandées: phase stationnaire de 100 % de diméthylpolysiloxane ou 95 % de diméthyle/5 % de diphenyl polysiloxane, longueur: 15 m, diamètre intérieur: 0,32 mm ou 0,25 mm, épaisseur du film: 0,1 µm.

NOTE Pour obtenir une séparation entre le pic du solvant et l'huile minérale contenant des hydrocarbures à chaîne courte (C10 à C14), une colonne capillaire de 30 m de long peut être utilisée.

**6.10 Microseringue**, de 5 µl à 10 µl, adaptée à l'injection de type «on-column» en chromatographie en phase gazeuse.

4) L'évaporateur Zymark TurboVap LV est un exemple de produit adapté disponible sur le marché. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente Norme internationale et ne saurait constituer un engagement de l'ISO à l'égard de ce produit. Des produits équivalents peuvent être employés s'il peut être démontré qu'ils conduisent à des résultats identiques.

**6.11 Balance analytique**, offrant une précision de lecture de 0,001 g et une précision de pesée de 0,001 g.

**6.12 Pipette Pasteur**, en verre.

Les pipettes Pasteur en plastique doivent être évitées, ainsi que les films en polyéthylène.

## 7 Échantillonnage

Il convient de transmettre au laboratoire un échantillon représentatif. Il convient également que cet échantillon n'ait pas été endommagé ou modifié lors du transport ou du stockage.

La méthode spécifiée dans la présente Norme internationale ne couvre pas l'échantillonnage. Une méthode d'échantillonnage recommandée est donnée dans l'ISO 5555.[3]

## 8 Préparation de l'échantillon pour essai

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

## 9 Mode opératoire

### 9.1 Préparation de la colonne de chromatographie

#### 9.1.1 Préparation du gel de silice imprégné d'AgNO<sub>3</sub>

Préparation de la colonne de gel de silice au nitrate d'argent (pour 3 colonnes): peser 45 g de gel de silice (5.1) dans un ballon à fond rond de 500 ml (6.3) protégé par une feuille d'aluminium. À l'aide d'une pipette Pasteur (6.12), ajouter la solution de nitrate d'argent (5.12) goutte à goutte, sous agitation continue. Bien agiter le mélange pendant 30 min afin de l'homogénéiser. À l'issue de cette période, recouvrir le ballon de la feuille d'aluminium et laisser reposer à température ambiante pendant 12 h avant utilisation.

Pour améliorer l'homogénéisation, il est recommandé d'utiliser un agitateur automatique. Si aucun agitateur automatique n'est disponible, il est possible de placer le ballon dans un évaporateur rotatif et de le faire tourner pendant 30 min en l'absence de vide.

NOTE 1 Le gel de silice imprégné peut être conservé une semaine à température ambiante dans un dessiccateur, à condition de protéger le ballon à l'aide d'une feuille d'aluminium.

NOTE 2 Le gel de silice imprégné d'AgNO<sub>3</sub> peut être remplacé par un gel de silice non imprégné, à des fins de dépistage. Les résultats seront similaires ou supérieurs à ceux obtenus avec un gel de silice argenté.

NOTE 3 Pour les huiles végétales raffinées autres que l'huile de grignons d'olive raffinée, le gel de silice imprégné d'AgNO<sub>3</sub> peut être remplacé par un gel de silice non imprégné.

#### 9.1.2 Garnissage de la colonne

Dans un bécher, mettre en suspension 18,5 g de gel de silice imprégné de nitrate d'argent (9.1.1) dans du *n*-hexane (5.4). Introduire le mélange dans la colonne (6.1) contenant 40 ml de *n*-hexane et tasser la colonne en la tapotant doucement avec une baguette de verre (6.2). Ajouter au moins 0,5 cm à 1 cm de sulfate de sodium (5.3) au-dessus du gel de silice imprégné d'AgNO<sub>3</sub>, puis comprimer le gel de silice imprégné d'AgNO<sub>3</sub> à l'aide d'un flux d'azote. Rincer le gel de silice imprégné d'AgNO<sub>3</sub> avec un volume supplémentaire de 60 ml de *n*-hexane (5.4) afin d'éliminer les impuretés du gel de silice imprégné d'AgNO<sub>3</sub>.

Il convient de recouvrir la colonne d'un cylindre de papier noir ou d'une feuille d'aluminium afin d'éviter l'oxydation du nitrate d'argent.

Éluer le solvant jusqu'à ce que son niveau dans la colonne soit environ 0,5 cm plus haut que la couche de gel de silice imprégné d'AgNO<sub>3</sub>. Placer un ballon à fond rond de 250 ml (6.3) sous la colonne de chromatographie.

## 9.2 Éluion de la fraction d'hydrocarbures

Peser à 1 mg près, 1 g de l'échantillon dans un bécher et ajouter 1 ml de la solution étalon interne (5.6), transférer la solution dans la colonne chromatographique (9.1.2) à l'aide d'une pipette Pasteur (6.12) et laisser l'échantillon pénétrer dans la phase stationnaire. Laver le bécher avec deux portions de 1 ml de *n*-hexane (5.4) et introduire la solution dans la colonne. Éluer la fraction d'hydrocarbures avec 55 ml de *n*-hexane (5.4) à une cadence d'environ 15 gouttes toutes les 10 s, en recueillant la fraction dans un ballon de 250 ml (6.3). Évaporer la majorité du solvant jusqu'à 1 ou 2 ml en utilisant un évaporateur rotatif équipé d'un bain-marie réglé à 35 °C (6.4). Transférer la solution concentrée dans un tube conique de 10 ml. Concentrer le solvant jusqu'à 0,5 ml dans le tube conique sous un flux d'azote, en utilisant soit un bain-marie à 35 °C soit un évaporateur automatique (6.5). Au cours des deux étapes d'évaporation, veiller à ce que le résidu ne soit pas évaporé à sec afin d'éviter toute perte des alcanes volatils.

Ajuster le volume d'éluion du *n*-hexane par l'analyse de 1 ml de solution de paraffine (5.17), en recueillant des fractions consécutives de 50 ml, 10 ml et 10 ml, et en les analysant individuellement par chromatographie en phase gazeuse (CPG).

## 9.3 Chromatographie en phase gazeuse

### 9.3.1 Réglage de l'appareillage

Placer la colonne (6.9) dans le chromatographe en phase gazeuse (6.7) et contrôler les conditions opératoires en injectant le solvant, le *n*-hexane (5.4). Il convient que la ligne de base soit droite avec une légère dérive positive. Si la dérive est importante, procéder au conditionnement de la colonne. En cas de dérive négative, vérifier les raccordements de la colonne.

En cas de première utilisation de la colonne, il est nécessaire de la conditionner en la chauffant dans le four du CPG avec un gradient de température allant jusqu'à 370 °C (selon la température du four choisie pour l'analyse) pendant 4 heures. Maintenir la température pendant 2 h.

### 9.3.2 Conditions opératoires de l'analyse par chromatographie en phase gazeuse

Les conditions opératoires suivantes se sont avérées satisfaisantes pour l'analyse:

Colonne	DB5 HT (15 m de long - 0,25 mm de diamètre intérieur - 0,10 µm d'épaisseur de film)
Température du four	Température initiale de 60 °C pendant 3 min, programmée à 12 °C/min jusqu'à 350 °C, maintien pendant 10 min
Gaz vecteur	Pression d'hydrogène en tête de colonne: 100 kPa
Température du détecteur	370 °C
Volume d'injection	2 µl

NOTE En cas d'utilisation d'un injecteur de vaporisation à température programmée, les conditions opératoires suivantes se sont avérées satisfaisantes pour l'analyse: température initiale de 50 °C pendant 0,5 min; programmée à 300 °C/min jusqu'à 300 °C, maintien pendant 10 min.

Ces conditions peuvent être ajustées en fonction des caractéristiques de l'appareillage de chromatographie en phase gazeuse et de la colonne. **Cependant, la température du four doit être portée à 350 °C afin d'éluer les hydrocarbures à poids moléculaire élevé.** Une rampe de température de 12 °C/min constitue un bon compromis entre une bonne sensibilité due à une «enveloppe amincie» et une dérive limitée de la ligne de base.

L'Annexe A présente des chromatogrammes types.