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

iTeh STANDARD PREVIEW

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

ISO 21033:2016

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/690f0757-970a-4bfb-a7d1-a37c99199587/iso-21033-2016>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 21033:2016

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/690f0757-970a-4bfb-a7d1-a37c99199587/iso-21033-2016>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2016, 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
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principe	1
5 Réactifs	2
6 Appareillage	2
7 Échantillonnage	3
8 Préparation de l'échantillon pour essai	3
9 Mode opératoire	3
9.1 Généralités.....	3
9.2 Préparation des étalons.....	4
9.2.1 Blanc.....	4
9.2.2 Étalons.....	4
9.3 Étalonnage.....	5
9.4 Préparation des échantillons.....	5
10 Calcul	5
11 Fidélité	6
11.1 Essai interlaboratoires.....	6
11.2 Répétabilité.....	6
11.3 Reproductibilité.....	6
12 Rapport d'essai	6
Annexe A (informative) Résultats des essais interlaboratoires	7
Annexe B (informative) Données supplémentaires	13
Bibliographie	15

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).

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).

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.

(standards.iteh.ai)

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](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/69010757-970a-461b-a7d1-a37c99199587/iso-21033-2016).

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*.

Cette première édition annule et remplace l'ISO/TS 21033:2011, qui a fait l'objet d'une révision technique. Elle incorpore également l'Amendement ISO/TS 21033:2011/Amd.1:2012. Le domaine d'application a été révisé pour indiquer que le document n'est pas applicable au lait et aux produits laitiers.

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

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale 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. Le lait et les produits laitiers (ou corps gras extraits du lait et des produits laitiers) ne relèvent pas du domaine d'application de la présente Norme internationale.

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

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*

ISO 6353-2, *Réactifs pour analyse chimique — Partie 2: Spécifications — Première série*

ISO 6353-3, *Réactifs pour analyse chimique — Partie 3: Spécifications — Deuxième série*

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 1 à l'article: La teneur en éléments traces est exprimée en fraction massique 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 et l'ISO 6353-3, le cas échéant, sinon utiliser des réactifs de qualité analytique reconnue.

5.1 **1-Butanol**, ISO 6353-3.

5.2 **Kérosène**.

5.3 **Xylène**, ISO 6353-3.

5.4 **Éléments étalons**, présents en solution sous forme de matériau organique soluble¹⁾. Des étalons multi-éléments peuvent être utilisés.

5.5 **Huile de base**²⁾, utilisable pour contrôler l'huile à blanc utilisée et diluer les solutions étalons en cas de besoin.

5.6 **Huile à blanc**, en général, une huile de soja raffinée et décolorée ou toute autre huile, dont l'absence d'éléments traces a été vérifiée.

5.7 **Mélange d'huile à blanc (5.6) et de 1-Butanol (5.1)**, fraction massique $w_{(\text{huile à blanc})} = 50 \text{ g}/100 \text{ g}$.

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**, lisibilité 0,000 1 g, précision de pesage 0,001 g.

6.3 **Four**, pouvant être maintenu à une température de $(60 \pm 2) \text{ }^\circ\text{C}$.

6.4 **Agitateur-mélangeur inclinable.**

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

1) Les produits SPEX 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.

2) L'huile de base 20 ou l'huile de base 75 de la société 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.

7 Échantillonnage

L'échantillonnage ne fait pas partie de la méthode spécifiée dans la présente Norme internationale. Une méthode d'échantillonnage recommandée est donnée dans l'ISO 5555[1].

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.

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 homogénéiser 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 standardisée 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. Configurer l'instrument conformément aux instructions du fabricant. 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[5] et dans l'ISO 10540-3[4].

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

Élément	Limites de détection courantes mg/kg	Raie(s) d'émission principale nm		
Aluminium	— ^a	167,078	308,215	
Baryum	— ^a	455,404		
Bore	— ^a	249,773		
Cadmium	— ^a	226,502	214,441	228,802
Calcium	0,05	315,887	393,366	317,933
Chrome	— ^a	267,716	284,325	283,563
Cuivre	0,05	324,754	327,396	
Fer	0,05	259,940	238,204	261,187
Plomb	— ^a	220,353		
Magnésium	0,05	285,213	279,553	280,270
Manganèse	— ^a	257,611	259,373	
Molybdène	— ^a	281,615	202,095	
Nickel	0,05	231,604	221,648	341,476
Phosphore	0,05	213,618	178,287	177,495
Silicium	0,1	251,611	288,158	
Argent	— ^a	328,068		
Sodium	0,1	588,995		
Soufre	1	180,731		
Étain	— ^a	242,949		
Titane	— ^a	334,941	323,452	336,121
Vanadium	— ^a	309,311	311,071	
Zinc	— ^a	202,613	213,856	

^a 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 l'absence d'éléments traces a été vérifiée. L'huile à blanc est diluée selon un rapport de (1:1) comme décrit dans le mode opératoire d'échantillonnage. Une huile de base (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.

Les instruments capables de détecter simultanément plusieurs éléments peuvent atteindre un niveau plus élevé de fidélité et d'exactitude par l'inclusion d'un étalon interne dans l'analyse. Si l'on utilise un étalon interne, il convient de l'incorporer lors de l'étape de dilution. En général, il convient que la dilution résultante contienne 10 mg/kg d'yttrium ou de scandium. Par conséquent, lors de la séquence de dilution pour échantillonnage (voir 9.1.1 et 9.4), il convient que le diluant contienne 20 mg/kg d'étalon interne donnant 10 mg/kg d'yttrium ou de scandium selon un rapport de dilution de 1:1.

9.3 Étalonnage

Analyser l'huile à blanc et l'huile de base diluée (5.5), à la longueur d'onde spécifiée pour l'élément ou les éléments étudiés.

Analyser les solutions étalons (voir 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 10 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.

(standards.iteh.ai)

9.4 Préparation des échantillons

ISO 21033:2016

Peser 2,5 g \pm 0,02 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 (huile à blanc) pour obtenir 5,0 g (facteur de dilution 25), puis diluer de nouveau avec du 1-butanol jusqu'à l'obtention de 10 g (5.6), facteur de dilution 50. Mélanger les échantillons sur un agitateur-mélangeur inclinable pendant 1 h. Diluer ensuite 1 part dans 10 parts du mélange d'huile à blanc et de 1-butanol (5.7). Le facteur de dilution totale est de 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, en fonction de la concentration de l'échantillon. À partir de cette relation, il est possible de déterminer les concentrations sur la base des aires mesurées pour les échantillons.

Les instruments détectant simultanément plusieurs éléments disposent en général de moyens de calcul pour l'étalonnage interne. Si un étalon interne est utilisé, le rapport entre l'aire mesurée pour l'étalon et l'aire mesurée pour l'étalon interne est intégré dans la formule de régression linéaire.

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](#). Des données supplémentaires sont données à l'[Annexe B](#). 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;
- c) la méthode d'essai utilisée, avec une référence à la présente Norme internationale, c'est-à-dire l'ISO 21033;
- d) tous les détails opératoires non spécifiés dans la présente Norme internationale, 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) le résultat final obtenu, si la répétabilité a été vérifiée.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 21033:2016
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/690f0757-970a-4bfb-a7d1-a37c91995873/iso-21033-2016>

Annexe A (informative)

Résultats des essais interlaboratoires

La fidélité de la méthode a été établie pour de hautes teneurs en Cu, Fe et Ni dans l'huile de soja lors d'une étude internationale conduite par l'AOCIS[6] en 1999 (voir [Tableau A.1](#)).

D'autres données de fidélité ont été obtenues dans le cadre d'un essai interlaboratoire conduit en 2011 par la DGF (Deutsche Gesellschaft für Fettwissenschaft)[7]. 14 laboratoires situés en Autriche (1), en Allemagne (12) et aux États-Unis d'Amérique (1) ont pris part à cet essai; toutefois, ces laboratoires n'ont pas tous procédé à l'analyse de l'ensemble des éléments. Les [Tableaux A.2](#) à [A.9](#) contiennent les récapitulatifs des différentes teneurs en aluminium, calcium, cadmium, sodium, chrome, nickel, cuivre, magnésium, fer, phosphore, plomb, silicium et zinc.

Des données de fidélité supplémentaires sur les hautes et faibles teneurs en phosphore dans de l'huile, obtenues lors d'une étude internationale conduite par l'AOCIS et par la FOSFA International (Federation of Oils, Seeds and Fats Associations Ltd) en 1998/1999 sont également fournies dans l'ISO 10540-3:2002, [Tableaux A.1](#) et [A.2](#)[4].

Les données ont été analysées conformément aux lignes directrices données dans l'ISO 5725-1[2] et l'ISO 5725-2[3].

Tableau A.1 — Analyse ICP pour la détermination de hautes teneurs en éléments traces dans de l'huile: récapitulatif des analyses effectuées par 11 laboratoires

	Cuivre						Nickel					
	S-1	S-2	S-3	S-4	S-5	S-6	S-7	S-8	S-9	S-10	S-11	S-12
Nombre de laboratoires participants	11	11	11	11	11	11	11	11	11	11	11	11
Nombre de laboratoires retenus après élimination des valeurs aberrantes	9	8	8	9	11	11	11	10	9	10	8	10
Nombre de résultats d'essai de tous les laboratoires	18	16	16	18	22	22	22	20	18	20	16	20
Valeur moyenne, mg/kg	2,05	9,91	8,14	9,94	2,05	2,07	8,29	10,08	4,94	5,64	7,64	2,10
Écart-type de répétabilité, s_r , mg/kg	0,05	0,10	0,12	0,10	0,06	0,05	0,25	0,19	0,09	0,23	0,37	0,05
Coefficient de variation de la répétabilité, $CV(r)$, %	2,29	1,03	1,48	1,03	3,10	2,49	3,06	1,91	1,86	4,06	4,88	2,62
Limite de répétabilité, $r (s_r \times 2,8)$, mg/kg	0,13	0,29	0,34	0,29	0,18	0,14	0,71	0,54	0,26	0,64	1,04	0,15