
**Corps gras d'origines animale
et végétale — Détermination du
benzo[*a*]pyrène — Méthode par
chromatographie liquide à haute
performance à polarité de phase
inversée**

*Animal and vegetable fats and oils — Determination of
benzo[*a*]pyrene — Reverse-phase high performance liquid
chromatography method*

ISO 15302:2017

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/46c5bf06-1432-425e-aeaa-3f9a2e0ec07c/iso-15302-2017>



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

ISO 15302:2017

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/46c5bf06-1432-425e-aeaa-3f9a2e0ec07c/iso-15302-2017>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2017, 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	1
6 Appareillage	3
7 Échantillonnage	4
8 Préparation de l'échantillon pour essai	4
9 Mode opératoire	4
9.1 Récupération de l'échantillon	4
9.2 Chromatographie liquide à haute performance	5
9.3 Analyse de l'échantillon.....	5
10 Expression des résultats	6
10.1 Calcul des facteurs de réponse relatifs	6
10.2 Calcul de la teneur en benzo[<i>a</i>]pyrène	7
11 Fidélité	7
11.1 Répétabilité.....	7
11.2 Reproductibilité	7
12 Rapport d'essai	7
Annexe A (informative) Résultats des essais interlaboratoires	8
Bibliographie	9

ISO 15302:2017

<https://standards.itech.ai/catalog/standards/iso/46c5bf06-1432-425e-aeaa-3f9a2e0ec07c/iso-15302-2017>

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.

Pour une explication de la nature volontaire des normes, 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'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: www.iso.org/iso/fr/avant-propos.html.

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 34, *Produits alimentaires*, Sous-comité SC 11, *Corps gras d'origines animale et végétale*. (06-1432-425e-aeaa-319a2e0ec07c/iso-15302-2017)

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 15302:2007), dont elle constitue une révision mineure. Le domaine d'application du présent document a été révisé pour exclure son application au lait et aux produits laitiers et leurs dérivés.

Corps gras d'origines animale et végétale — Détermination du benzo[*a*]pyrène — Méthode par chromatographie liquide à haute performance à polarité de phase inversée

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode de détermination du benzo[*a*]pyrène dans les corps gras comestibles bruts ou raffinés, par chromatographie liquide à haute performance (CLHP) à polarité de phase inversée, à l'aide d'une détection fluorimétrique dans la gamme de 0,1 µg/kg à 50 µg/kg.

Le lait et les produits laitiers (ou les corps gras issus du lait et des produits laitiers) sont exclus du domaine d'application du présent document.

2 Références normatives

Les documents suivants cités dans le texte constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences 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.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>
- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <http://www.iso.org/obp>

3.1

teneur en benzo[*a*]pyrène

fraction massique de benzo[*a*]pyrène dans la prise d'essai, déterminée par la méthode spécifiée dans le présent document

Note 1 à l'article: La teneur est exprimée en microgrammes par kilogramme.

4 Principe

Une prise d'essai est dissoute dans de l'éther de pétrole et du benzo[*b*]chrysène est ajouté en tant qu'étalon interne. Une quantité appropriée d'échantillon est adsorbée sur une colonne d'alumine, puis éluée avec de l'éther de pétrole afin d'éliminer toute présence de benzo[*a*]pyrène.

5 Réactifs

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, sauf spécification contraire. Lors de l'utilisation de solvants ayant une qualité analytique autre que celle recommandée, effectuer un essai à blanc et consigner les résultats de cet essai.

PRÉCAUTIONS DE SÉCURITÉ — L'attention est attirée sur les réglementations qui spécifient les règles relatives à la manipulation des substances dangereuses. Il convient que les utilisateurs connaissent les mesures de sécurité relatives au personnel, à la technique et à l'organisation, et qu'ils s'y conforment.

5.1 Eau, ayant fait l'objet d'une double distillation, filtrée à travers une membrane filtrante de porosité 0,45 µm. Il est également possible d'utiliser de l'eau désionisée obtenue à partir de systèmes de déminéralisation d'eau.

5.2 Éther de pétrole, (point d'ébullition se situant dans une plage de 40 °C à 60 °C), ou **hexane**, redistillé sur des pastilles d'hydroxyde de potassium (4 g/l).

5.3 Acétonitrile, pour CLHP.

5.4 Tétrahydrofurane, pour CLHP.

5.5 Mélange acétonitrile-tétrahydrofurane, préparé en mélangeant 90 ml d'acétonitrile (5.3) et 10 ml de tétrahydrofurane (5.4).

5.6 Toluène, pour CLHP.

5.7 Sulfate de sodium, anhydre, en grains.

5.8 Alumine, degré d'activité 4, préparée à partir d'oxyde d'aluminium neutre, degré d'activité supérieure à 1¹⁾, désactivée par l'ajout de 10 ml d'eau (5.1) à 90 g d'alumine.

Étant donné les différences d'activité des différentes marques d'alumine, il est recommandé d'effectuer un contrôle afin de confirmer que le mode opératoire de désactivation est approprié à la récupération totale du benzo[a]pyrène à partir d'un échantillon de référence.

ATTENTION — LA RÉACTION DE DÉSACTIVATION EST EXOTHERMIQUE ET IL PEUT Y AVOIR ACCUMULATION DE PRESSION.

Agiter le conteneur pendant environ 15 min et laisser le contenu parvenir à l'équilibre pendant 24 h. Conserver l'alumine dans un récipient fermé à température ambiante.

5.9 Benzo[a]pyrène²⁾, pur à 99,0 % en masse.

ATTENTION — LE BENZO[a]PYRÈNE EST UN CARCINOGENÈ BIEN CONNU. L'UTILISER SOUS HOTTE POUR TOUS LES TRAVAUX, EN PORTANT DES GANTS AFIN DE RÉDUIRE L'EXPOSITION AU MINIMUM.

5.9.1 Solution mère de benzo[a]pyrène dans du toluène, 0,5 mg/ml.

Peser, à 0,1 mg près, environ 12,5 mg de benzo[a]pyrène dans une fiole jaugée de 25 ml. Dissoudre cette quantité dans le toluène (5.6) et remplir jusqu'au trait avec ce solvant.

Conserver la solution à l'abri de la lumière à 4 °C où elle reste stable pendant au moins 6 mois.

1) «L'oxyde d'aluminium 90 activé neutre» est un exemple de produit approprié disponible dans le commerce. 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 du produit ainsi désigné. Des produits équivalents peuvent être utilisés s'il est démontré qu'ils conduisent aux mêmes résultats.

2) Un matériau de référence approprié peut être obtenu auprès du Centre commun de recherche (JRC) de la Commission européenne, Institut des matériaux et mesures de référence (IRMM). 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 du produit ainsi désigné.