
**Corps gras d'origines animale et
végétale — Détermination de la
teneur en cadmium par spectrométrie
d'absorption atomique à four graphite**

*Animal and vegetable fats and oils — Determination of cadmium
content by direct graphite furnace atomic absorption spectrometry*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 15774:2017](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/653cdc4b-ee0c-4c93-98bf-61cc102e0367/iso-15774-2017)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/653cdc4b-ee0c-4c93-98bf-61cc102e0367/iso-15774-2017>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 15774:2017](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/653cdc4b-ee0c-4c93-98bf-61cc102e0367/iso-15774-2017)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/653cdc4b-ee0c-4c93-98bf-61cc102e0367/iso-15774-2017>



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	2
7 Mode opératoire	3
7.1 Généralités.....	3
7.2 Traitement des échantillons, de l'huile végétale et des solutions étalons.....	3
7.3 Préparation de l'appareillage.....	3
7.4 Détermination.....	4
7.4.1 Essai à blanc du tube en graphite.....	4
7.4.2 Huile végétale.....	4
7.4.3 Étalonnage de l'appareillage.....	4
7.4.4 Échantillons d'huile (liquides).....	4
7.4.5 Échantillons de corps gras (point de fusion 40 °C et au-dessus).....	4
7.4.6 Nombre de déterminations.....	5
8 Expression des résultats	5
9 Fidélité	5
9.1 Essai interlaboratoires.....	5
9.2 Répétabilité.....	5
9.3 Reproductibilité.....	5
10 Rapport d'essai	5
Annexe A (informative) Résultats des essais interlaboratoires	7

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 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*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 15774:2000), dont elle constitue une révision mineure afin d'exclure les corps gras issus du lait et des produits laitiers.

Corps gras d'origines animale et végétale — Détermination de la teneur en cadmium par spectrométrie d'absorption atomique à four graphite

1 Domaine d'application

Le présent document décrit une méthode de détermination des traces de cadmium (microgrammes par kilogramme) dans tous les types de corps gras alimentaires, qu'ils soient raffinés ou bruts.

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 3696, *Eau pour laboratoire à usage analytique* — *Spécification et méthodes d'essai*

3 Termes et définitions

Aucun terme n'est défini dans le présent document.

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>

4 Principe

Pyrolyse puis atomisation d'un corps gras dans un four graphite muni d'une plate-forme et associé à un spectrophotomètre d'absorption atomique préalablement étalonné à l'aide de solutions étalons d'un composé organique de cadmium. Dosage du métal à partir de l'absorption observée à une longueur d'onde de 228,8 nm. Utilisation de palladium comme modificateur de matrice pour éviter les pertes de cadmium lors du traitement thermique préalable.

5 Réactifs

Sauf indication contraire, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue.

5.1 Eau, de qualité 1, conforme aux spécifications de l'ISO 3696.

5.2 Cyclohexane.

5.3 Acide chlorhydrique.

5.4 Chlorure de palladium.

5.5 Modificateur de matrice, solution de palladium à 0,1 % (masse par volume).

Dissoudre 0,167 g de chlorure de palladium (5.4) dans 50 ml d'eau (5.1) dans une fiole jaugée de 100 ml (6.4) puis ajouter 1 ml d'acide chlorhydrique (5.3) et compléter au trait-repère avec de l'eau.

5.6 Huile végétale, raffinée.

N'importe quelle huile alimentaire liquide convient. La conserver dans un flacon en polyéthylène exempt de métaux. La teneur en cadmium de l'huile ne doit pas être supérieure à 0,2 µg/kg.

5.7 Étalon organométallique de cadmium (par exemple, Conostan, 5 000 mg/kg)¹⁾.

5.8 Solution étalon mère, ayant une concentration de 10 mg/kg de cadmium, préparée en diluant 200 mg d'étalon organométallique (5.7) avec 100 g d'huile végétale (5.6).

5.9 Solutions étalons de travail.

Préparer chaque jour des solutions de travail contenant 2,5 µg/kg, 5,0 µg/kg et 10,0 µg/kg de cadmium, en diluant respectivement 25 mg, 50 mg et 100 mg de la solution mère (5.8) avec 100 g d'huile végétale (5.6).

5.10 Argon, de pureté minimale 99,99 %.

6 Appareillage

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

6.1 Flacons en polyéthylène ou polypropylène, d'une capacité de 20 ml et de 50 ml, exempts de métaux et munis de bouchons.

ISO 15774:2017

Pour rendre les flacons exempts de métaux, procéder de la façon suivante. Nettoyer soigneusement les flacons avec une solution chaude d'acide nitrique (2 mol/l), les rincer à l'eau distillée puis les sécher dans une étuve hors poussières à environ 80 °C.

6.2 Micropipettes, permettant de délivrer 10 µl et 20 µl.

6.3 Embouts de micropipettes.

6.4 Fiole jaugée, d'une capacité de 100 ml.

6.5 Four électrique, pouvant être maintenu à une température de 60 °C ± 2 °C.

6.6 Spectromètre d'absorption atomique, équipé des modes «surface de pic» et «étalonnage automatique» ainsi que d'une lampe à décharge sans électrode (ou une lampe à cathode creuse) et d'un correcteur de fond au deutérium (ou spectromètre d'absorption atomique Zeeman).

6.7 Atomiseur à four graphite, placé dans le spectromètre d'absorption atomique (6.6) et doté d'une unité de commande pour la programmation de la température.

6.8 Tube en graphite, non revêtu.

6.9 Plate-forme, pyrolytique.

1) Conostan, disponible auprès de Continental Oil Company, Ponca City, Oklahoma, USA, est un exemple de produit convenable disponible dans le commerce. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs du présent document et ne saurait constituer en engagement de l'ISO à l'égard de ce produit. Des produits équivalents peuvent être utilisés s'il est démontré qu'ils conduisent aux mêmes résultats.

6.10 Échantillonneur automatique pour l'atomiseur à four graphite (facultatif), avec godets d'échantillonnage en polyéthylène.

Pour utiliser un échantillonneur automatique avec dispositif chauffant, réglé à $60\text{ °C} \pm 10\text{ °C}$, remplir les godets d'échantillonnage avec l'huile végétale (5.6), les solutions étalons de travail (5.9) et les échantillons de corps gras. Les échantillons de corps gras dont le point de fusion est égal ou supérieur à 40 °C doivent être dilués à 1:1 (en masse) avec l'huile d'essai à blanc (5.6). Le volume d'échantillon injecté doit être de 15 μl .

Pour utiliser un échantillonneur automatique sans dispositif chauffant, diluer à 1:1 (masse par volume) l'huile végétale (5.6), les solutions étalons de travail (5.9) et les échantillons de corps gras avec un solvant organique [par exemple, cyclohexane (5.2)] et travailler à la température ambiante. Le volume d'échantillon injecté doit être de 20 μl .

Il est nécessaire d'utiliser un solvant organique, [par exemple, le cyclohexane (5.2)] pour rincer l'échantillonneur automatique.

7 Mode opératoire

7.1 Généralités

La poussière présente dans l'environnement peut contribuer à une contamination de fond. Il est donc recommandé de réaliser les analyses dans un endroit à l'abri de la poussière.

7.2 Traitement des échantillons, de l'huile végétale et des solutions étalons (standards.iteh.ai)

7.2.1 Placer tous les échantillons, les solutions étalons de travail (5.9) et l'huile végétale (5.6) dans le four (6.5), réglé à 60 °C .

Si l'on utilise un échantillonneur automatique, diluer à 1:1 (masse par volume) toutes les solutions (huile végétale, solution mère, échantillons) avec un solvant approprié [par exemple, le cyclohexane (5.2)]. Bien homogénéiser avant de verser les solutions dans les récipients de l'échantillonneur automatique.

7.2.2 Agiter vigoureusement les échantillons. Si la teneur en métaux d'un échantillon sort des limites données (5.9), diluer (en masse) avec l'huile végétale (5.6).

7.3 Préparation de l'appareillage

7.3.1 Mettre en marche le spectromètre d'absorption atomique et le correcteur de fond (deuterium ou Zeeman).

7.3.2 Conformément aux instructions du fabricant accompagnant le spectromètre, procéder au réglage du courant de lampe, de la fente, de la longueur d'onde et de l'amplification. La longueur d'onde requise est 228,8 nm.

7.3.3 Optimiser la position de l'atomiseur à four graphite (6.7) dans le spectromètre d'absorption atomique (6.6) et régler le programme requis sur l'unité de commande du four. Placer la plate-forme (6.9) dans le tube en graphite (6.8).

7.3.4 Avant chaque injection de l'échantillon, prétraiter l'embout de la pipette (6.3) en pipettant puis en rejetant 10 µl de cyclohexane (5.2).

Tableau 1 — Exemple de programme pour l'atomiseur à four graphite

Étape	Température °C	Durée de montée en température s	Durée de palier à température s	Débit de gaz interne ml/min
Injection du modificateur de matrice				
1	200	30	30	300
Injection de l'échantillon d'huile				
0 ^a	60	0	20	0
1	200	30	30	300
2	650	60	40	300
3	1 600	0	5	0
4	2 700	1	3	50

^a Étape supplémentaire du programme de température uniquement pour les corps gras ayant un point de fusion supérieur à 40 °C.

7.4 Détermination

7.4.1 Essai à blanc du tube en graphite

Enregistrer l'absorption, si elle existe, du tube en graphite (6.8) et faire correspondre la valeur obtenue à zéro.

7.4.2 Huile végétale

ISO 15774:2017
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/653cdc4b-ee0c-4c93-98bf-61cc102e0367/iso-15774-2017>

À l'aide d'une micropipette (6.2) ou d'un échantillonneur automatique (6.10), injecter 20 µl de modificateur de matrice (5.5) dans le four graphite (6.7) et lancer le programme de température du modificateur (étape 1; voir Tableau 1). Injecter 10 µl d'huile végétale (5.6) dans le four graphite, lancer le programme de température (étapes 1 à 4) et noter l'absorption (pour l'échantillonneur automatique, voir 6.10).

7.4.3 Étalonnage de l'appareillage

À l'aide d'une micropipette (6.2), injecter 20 µl de modificateur de matrice (5.5) dans le four graphite (6.7) et lancer le programme de température du modificateur (étape 1). Injecter 10 µl de la première des trois solutions étalons de travail, préparé conformément à 5.9, dans le four graphite. Lancer le programme de température (étapes 1 à 4). Poursuivre en opérant successivement de la même façon avec la seconde et la troisième solution de travail. Étalonner le spectromètre conformément au mode opératoire de l'appareil utilisé (pour l'échantillonneur automatique, voir 6.10). Tracer la courbe d'étalonnage.

7.4.4 Échantillons d'huile (liquides)

À l'aide d'une micropipette (6.2), injecter 20 µl de modificateur de matrice (5.5) dans le four graphite (6.7) et lancer le programme de température du modificateur (étape 1). Injecter 10 µl de l'échantillon d'huile dans le four graphite, lancer le programme de température (étapes 1 à 4) et noter la concentration conformément au mode opératoire de l'appareil utilisé (pour l'échantillonneur automatique, voir 6.10).

7.4.5 Échantillons de corps gras (point de fusion 40 °C et au-dessus)

Ajouter une étape supplémentaire au programme de température, avec une température de 60 °C, une durée de palier de température de 20 s, et un débit de gaz interne de 0 ml/min. À l'aide d'une micropipette

(6.2), injecter 20 µl de modificateur de matrice (5.5) dans le four graphite (6.7) et lancer le programme de température du modificateur. À la première étape du programme (étape 0 du [Tableau 1](#)), injecter 10 µl de corps gras fondu dans le four graphite en maintenant l'embout dans l'ouverture d'injection pour liquéfier le corps gras, puis injecter. Noter la concentration conformément au mode opératoire de l'appareil utilisé (pour l'échantillonneur automatique, voir [6.10](#)).

7.4.6 Nombre de déterminations

Réaliser deux déterminations rapidement l'une après l'autre.

8 Expression des résultats

La concentration mesurée s'exprime en microgrammes par kilogramme. Prendre comme résultat final la moyenne des deux déterminations.

9 Fidélité

9.1 Essai interlaboratoires

Les détails d'un essai interlaboratoires relatif à la fidélité de la méthode sont résumés en [Annexe A](#). Les valeurs dérivées de cet essai peuvent ne pas s'appliquer aux plages de concentrations ou matrices autres que celles données.

9.2 Répétabilité

La différence absolue entre deux résultats d'essai individuels indépendants, obtenus à l'aide de la même méthode sur un matériau identique soumis à essai dans le même laboratoire par le même opérateur utilisant le même appareillage, et dans un court intervalle de temps, dans 5 % des cas ne doit pas être supérieure à:

- 1,1 µg/kg lorsque la moyenne des deux résultats se trouve entre 2 µg/kg et 8 µg/kg pour les échantillons d'huile;
- 1,7 µg/kg lorsque la moyenne des deux résultats se trouve entre 3 µg/kg et 7 µg/kg pour les échantillons de corps gras.

9.3 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 des laboratoires différents par des opérateurs différents utilisant des appareillages différents, dans 5 % des cas ne doit pas être supérieure à:

- 2,9 µg/kg lorsque la moyenne des deux résultats se trouve entre 2 µg/kg et 8 µg/kg pour les échantillons d'huile;
- 2,6 µg/kg lorsque la moyenne des deux résultats se trouve entre 3 µg/kg et 7 µg/kg pour les échantillons de corps gras.

10 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit spécifier les informations suivantes:

- tous les renseignements nécessaires à l'identification complète de l'échantillon;
- la méthode selon laquelle l'échantillonnage a été effectué, si elle est connue;
- la méthode d'essai utilisée, avec référence au présent document, c'est-à-dire ISO 15774;