NORME INTERNATIONALE

ISO 15753

Deuxième édition
2016-04-01

Corps gras d'origines animale et végétale — Détermination des hydrocarbures aromatiques polycycliques

Animal and vegetable fats and oils — Determination of polycyclic aromatic hydrocarbons

Numéro de référence
ISO 15753:2016(F)

© ISO 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 **2**

5 Réactifs et matériaux **2**

6 Appareillage **3**

7 Échantillonnage **5**

8 Préparation de l'échantillon **5**

9 Mode opératoire pour la détermination des HAP à partir des corps gras: Méthode générale **5**
9.1 Remarques préliminaires 5
9.2 Essai à blanc 6
9.3 Détermination des valeurs des taux de récupération (sans matrice) 6
9.4 Extraction (extraction liquide/liquide) 6
9.5 Purification sur des cartouches de phase greffée en C18 (extraction solide/liquide) 7
9.6 Purification sur des cartouches de phase greffée de Florisil (extraction solide/liquide) 7

10 Mode opératoire pour la détermination des HAP à partir des corps gras: Méthode spécifique pour l'huile de coprah **8**
10.1 Première extraction (extraction liquide/liquide) 8
10.2 Deuxième extraction (extraction liquide/liquide) 9
10.3 Purification sur des cartouches de phase greffée en C18 (extraction solide/liquide) 9
10.4 Purification sur des cartouches de phase greffée de Florisil (extraction solide/liquide) 9

11 Chromatographie liquide à haute performance (CLHP) **10**
11.1 Conditions de fonctionnement 10
11.2 Paramètres de détection 11
11.3 Analyse des échantillons et des étalons 12
11.4 Confirmation de la présence des HAP 13

12 Expression des résultats **13**

13 Fidélité **13**
13.1 Essai interlaboratoires 13
13.2 Répétabilité 13
13.3 Reproductibilité 14

14 Rapport d'essai **14**

Annexe A (informative) **Valeurs des taux de récupération, schémas fonctionnels, chromatogrammes et séquences d'injection** **15**

Annexe B (informative) **Résultats de l'essai interlaboratoires** **20**

Bibliographie **23**

© ISO 2016 – Tous droits réservés

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'OMC concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: Avant-propos — Informations supplémentaires.

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 deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 15753:2006), dont elle constitue une révision mineure. Elle incorpore également l'Amendement ISO 15753:2006/Amd.1:2011. Un énoncé relatif à la non applicabilité au lait et aux produits laitiers a été ajouté au Domaine d'application.

© ISO 2016 – Tous droits réservés

Corps gras d'origines animale et végétale — Détermination des hydrocarbures aromatiques polycycliques

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale décrit deux méthodes pour la détermination de 15 hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP) dans les corps gras d'origines animale et végétale:

— une méthode générale;

— une méthode spécifique pour l'huile de coprah et les huiles végétales avec acides gras à chaînes courtes.

Ces méthodes ne sont pas quantitatives pour les composés très volatils tels que le naphtalène, l'acénaphtène et le fluorène. En raison des interférences causées par la matrice elle-même, l'huile de palme et l'huile de grignons d'olive ne peuvent pas être analysées par cette méthode.

La limite de quantification est de 0,2 µg/kg pour la majorité des composés analysés, à l'exception du fluoranthène et du benzo(*g*,*h*,*i*)pérylène, dont la limite de quantification est de 0,3 µg/kg, et de l'indéno(1,2,3-*c*,*d*)pyrène, dont la limite de quantification est de 1,0 µg/kg.

NOTE Les résultats pour l'huile de grignons d'olive dans l'Annexe B montrent que cette méthode n'est pas applicable à ce type d'huile. Les données de fidélité déterminées sont très médiocres.

Le lait et les produits laitiers (ou la graisse provenant du lait et des produits laitiers) sont exclus du domaine d'application de la présente Norme internationale.

2 Références normatives

Les documents suivants, en tout ou partie, sont référencés de façon normative dans le présent document et sont indispensables pour son application. 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
hydrocarbures aromatiques polycycliques
HAP
composés contenant au moins deux noyaux d'hydrocarbures aromatiques condensés (accolés) et dont la teneur peut être déterminée à l'aide de la méthode spécifiée dans la présente Norme internationale

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

Note 2 à l'article: On divise, en général, les HAP en HAP légers, avec deux à quatre noyaux aromatiques, et HAP lourds avec au moins cinq noyaux aromatiques.

EXEMPLE

Les HAP légers incluent:

© ISO 2016 – Tous droits réservés

le naphtalène (n° CAS [91-20-3]), l'acénaphtène (n° CAS [83-32-9]), l'acénaphthylène (n° CAS [208-96-8]), le fluorène (n° CAS [86-73-7]), l'anthracène (n° CAS [120-12-7]), le phénanthrène (n° CAS [85-01-8]), le fluoranthène (n° CAS [206-44-0]), le chrysène (n° CAS [218-01-9]), le benzo(*a*)anthracène (n° CAS [56-55-3]), le pyrène (n° CAS [129-00-0]).

Les HAP lourds incluent:

le benzo(*a*)pyrène (n° CAS [50-32-8]), le benzo(*b*)fluoranthène (n° CAS [205-99-2]), le benzo(*k*)fluoranthène (n° CAS [207-08-9]), le benzo(*g*,*h*,*i*)pérylène (n° CAS [191-24-2]), le dibenzo(*a*,*h*)anthracène (n° CAS [53-70-3]), l'indéno(1,2,3-*c*,*d*)pyrène (n° CAS [193-39-5]).

4 Principe

Les hydrocarbures aromatiques polycycliques sont extraits avec un mélange acétonitrile/acétone, puis purifiés sur des cartouches de phase inversée C18 et, ensuite, sur des cartouches de Florisil. La détermination de la teneur en hydrocarbures aromatiques polycycliques individuels après séparation est réalisée par le biais de la chromatographie liquide à haute pression (CLHP) en mesurant la fluorescence à des longueurs d'onde d'excitation et d'émission différentes.

5 Réactifs et matériaux

AVERTISSEMENT — L'attention est attirée sur la réglementation régissant la manipulation de matières dangereuses. Il convient de respecter des mesures de sécurité sur le plan technique, organisationnel et personnel.

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, sauf indication contraire.

Vérifier la qualité des solvants avant utilisation en concentrant le solvant environ 1 000 fois par évaporation, puis analyser le concentré par CLHP (300 ml à 300 µl). Le chromatogramme doit être exempt de pics dans la zone d'élution des HAP.

5.1 Méthanol, qualité «ultra resi-analysed»[1)].

5.2 Hexane, qualité CLHP[1)].

5.3 Acétonitrile, qualité CLHP[1)].

5.4 Acétone, qualité CLHP[1)].

5.5 Dichlorométhane, qualité CLHP[1)].

5.6 Toluène, qualité CLHP[1)].

5.7 Eau, qualité CLHP[1)].

5.8 Tétrahydrofuranne, qualité CLHP[1)].

5.9 Mélange de solvants 1: acétonitrile/acétone (fraction volumique 60 %/40 %).

Quantité utilisée par échantillon: 41 ml pour la méthode générale, 36 ml pour la méthode spécifique pour l'huile de coprah.

---

1) Ces produits peuvent, par exemple, être obtenus auprès de Baker. 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 produits ainsi désignés. Des produits équivalents peuvent être utilisés s'il est démontré qu'ils conduisent aux mêmes résultats.

© ISO 2016 – Tous droits réservés