

Version Française

Produits dérivés des corps gras - Esters méthyliques d'acides gras (EMAG) - Détermination de la teneur en glycérols libre et total et en mono-, di- et triglycérides

Erzeugnisse aus pflanzlichen und tierischen Fetten und
Ölen - Fettsäure-Methylester (FAME) - Bestimmung
des Gehaltes an freiem und Gesamtglycerin und Mono-,
Di- und Triglyceriden

Fat and oil derivatives - Fatty Acid Methyl Esters
(FAME) - Determination of free and total glycerol and
mono-, di-, triglyceride contents

Le présent projet de Norme européenne est soumis aux membres du CEN pour enquête. Il a été établi par le Comité Technique CEN/TC 307.

Si ce projet devient une Norme européenne, les membres du CEN sont tenus de se soumettre au Règlement Intérieur du CEN/CENELEC, qui définit les conditions dans lesquelles doit être attribué, sans modification, le statut de norme nationale à la Norme européenne.

Le présent projet de Norme européenne a été établi par le CEN en trois versions officielles (allemand, anglais, français). Une version dans une autre langue faite par traduction sous la responsabilité d'un membre du CEN dans sa langue nationale et notifiée au Centre de Gestion du CEN-CENELEC, a le même statut que les versions officielles.

Les membres du CEN sont les organismes nationaux de normalisation des pays suivants: Allemagne, Autriche, Belgique, Bulgarie, Chypre, Croatie, Danemark, Espagne, Estonie, Finlande, France, Grèce, Hongrie, Irlande, Islande, Italie, Lettonie, Lituanie, Luxembourg, Malte, Norvège, Pays-Bas, Pologne, Portugal, République de Macédoine du Nord, République de Serbie, République Tchèque, Roumanie, Royaume-Uni, Slovaquie, Slovénie, Suède, Suisse et Turquie.

Les destinataires du présent projet sont invités à présenter, avec leurs observations, notifications des droits de propriété dont ils auraient éventuellement connaissance et à fournir une documentation explicative.

Avertissement : Le présent document n'est pas une Norme européenne. Il est diffusé pour examen et observations. Il est susceptible de modification sans préavis et ne doit pas être cité comme Norme européenne



COMITÉ EUROPÉEN DE NORMALISATION
EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG
EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION

CEN-CENELEC Management Centre: Rue de la Science 23, B-1040 Bruxelles

Sommaire

Page

Avant-propos européen	3
1 Domaine d'application	4
2 Références normatives	4
3 Termes et définitions	4
4 Principe	4
5 Substances chimiques	5
6 Appareillage	5
7 Préparation des solutions	6
7.1 Solution mère de 1,2,4-butanetriol, 1 mg/ml	6
7.2 Solution mère de glycérol, 0,5 mg/ml	6
7.3 Solution mère de glycérides étalons, 2,5 mg/ml	6
7.4 Mélange commercial de monoglycérides	6
7.5 Solutions d'étalonnage	7
8 Échantillonnage	7
9 Mode opératoire	7
9.1 Conditions opératoires	7
9.2 Analyse des solutions d'étalonnage	7
9.3 Analyse du mélange commercial de monoglycérides	8
9.4 Préparation et analyse des échantillons	8
9.5 Identification	8
9.6 Étalonnage	8
9.7 Contrôle de performance de la colonne	9
10 Détermination des résultats	9
10.1 Intégration des pics	9
10.2 Fonction d'étalonnage du glycérol	10
10.3 Glycérol libre	10
10.4 Glycérides	11
10.5 Glycérol total	11
11 Expression des résultats	11
12 Fidélité	11
12.1 Essai interlaboratoires	11
12.2 Répétabilité, <i>r</i>	12
12.3 Reproductibilité, <i>R</i>	12
13 Rapport d'essai	12
Annexe A (informative) Exemple de chromatogramme	14
Annexe B (informative) Calcul de la fonction d'étalonnage	22
Annexe C (informative) Calcul de la fonction d'étalonnage : exemple concret	24
Annexe D (informative) Résultats de l'essai interlaboratoires.....	26
Bibliographie	28

Avant-propos européen

Le présent document (prEN 14105:2023) a été élaboré par le comité technique CEN/TC 307 « Oléagineux, corps gras d'origine végétale et animale et leurs co-produits - Méthodes d'échantillonnage et d'analyse », dont le secrétariat est tenu par AFNOR.

Ce document est actuellement soumis à l'Enquête CEN.

Il est destiné à remplacer l'EN 14105:2020.

Par rapport à l'édition précédente, les modifications techniques suivantes ont été apportées :

- la précision de pesée est spécifiée.

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode de détermination des teneurs en glycérol libre et en mono-, di- et triglycérides résiduels des esters méthyliques d'acides gras (EMAG). La teneur en glycérol total est ensuite calculée à partir des résultats obtenus.

Dans les conditions décrites, les limites de quantification sont de 0,001 % (*m/m*) pour le glycérol libre et de 0,10 % (*m/m*) pour tous les glycérides (mono-, di- et tri-). Cette méthode convient pour les EMAG préparés à partir d'huiles de colza, de tournesol, de soja, de palme, d'huiles et de graisses d'origine animale et d'un mélange de celles-ci. Elle ne convient pas pour les EMAG produits à partir de dérivés d'huiles de coprah ou de palmiste, ou contenant ces dérivés, en raison du chevauchement de différents pics de glycérides.

NOTE 1 Pour les besoins du présent document, l'expression « % (*m/m*) » est utilisée pour représenter la fraction massique.

NOTE 2 Dans les conditions de CPG courantes indiquées dans l'EN 14105, le squalène peut coéluer avec le monostéarate de glycérol alpha. Si la présence de squalène est suspectée, l'EN 17057 peut être utilisée pour distinguer le squalène du monostéarate de glycérol.

AVERTISSEMENT — L'utilisation du présent document peut impliquer la mise en œuvre de matériaux, d'opérations et de matériels dangereux. Ce document ne prétend pas couvrir tous les problèmes de sécurité liés à son utilisation. Il incombe aux utilisateurs du présent document de prendre, avant son application, des mesures appropriées de protection de la sécurité et de la santé du personnel et de s'assurer que les exigences statutaires et réglementaires sont satisfaites.

2 Références normatives

Les documents suivants sont cités dans le texte de sorte qu'ils 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).

EN ISO 5555, *Corps gras d'origines animale et végétale - Échantillonnage (ISO 5555)*

EN ISO 3170, *Produits pétroliers liquides - Échantillonnage manuel (ISO 3170)*

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 :

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

4 Principe

Le glycérol et les mono- et diglycérides sont transformés en dérivés silylés plus volatils et stables en présence de pyridine et de N-méthyl-N-triméthylsilyl-trifluoroacétamide (MSTFA).

L'échantillon après silylation est analysé par chromatographie en phase gazeuse sur une colonne capillaire courte de faible épaisseur de film, avec un injecteur on-column ou un dispositif équivalent, et détection par ionisation de flamme.

Après un étalonnage, la quantification du glycérol est effectuée en présence de l'étalon interne 1,2,4-butanetriol.

Les mono-, di- et triglycérides sont évalués en présence d'un étalon interne pour chaque catégorie de glycérides :

- glycéryl mononadécanoate (Mono C19) pour les monoglycérides ;
- glycéryl dinonadécanoate (Di C38) pour les diglycérides ;
- glycéryl trinonadécanoate (Tri C57) pour les triglycérides.

5 Substances chimiques

Sauf spécification contraire, utiliser uniquement des substances chimiques de qualité analytique reconnue.

5.1 N-méthyl-N-triméthylsilyl-trifluoroacétamide (MSTFA).

5.2 Pyridine, 0,1 % d'eau max., conservée sur tamis moléculaire.

La pyridine de qualité silyl (5.10) peut également être utilisée.

5.3 Tétrahydrofurane (THF).

5.4 n-heptane.

5.5 Glycérol.

5.6 1,2,4-butanetriol.

5.7 1-glycéryl mononadécanoate (Mono C19).

5.8 1-3 glycéryl dinonadécanoate (Di C38).

5.9 Glycéryl trinonadécanoate (Tri C57).

5.10 Pyridine, qualité silyl.

6 Appareillage

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

6.1 Chromatographe en phase gazeuse, équipé d'un injecteur on-column ou dispositif équivalent, d'une étuve à température programmable et d'un détecteur à ionisation de flamme.

6.2 Colonne capillaire, susceptible d'être programmée jusqu'à 400 °C (type « haute température »), pour laquelle les caractéristiques suivantes sont recommandées :

- phase stationnaire 100 % diméthylpolysiloxane ou 95 % diméthyl-5 % diphenylpolysiloxane ;
- longueur : 15 m ;
- diamètre interne : 0,32 mm ;
- épaisseur de film : 0,1 µm.

- 6.3 **Fiole jaugée**, capacité de 50 ml, Classe A.
- 6.4 **Fioles jaugées**, capacité de 20 ml, Classe A.
- 6.5 **Fioles jaugées**, capacité de 10 ml, Classe A.
- 6.6 **Flacons munis de bouchons à vis, à face en polytétrafluoroéthylène (PTFE)**, capacité de 10 ml.
- 6.7 **Pipette jaugée**, capacité de 1 ml.
- 6.8 **Pipette ou seringue de précision**, capacité de 100 µl.
- 6.9 **Pipette ou seringue de précision**, capacité de 500 µl.
- 6.10 **Éprouvette graduée**, capacité de 10 ml.
- 6.11 **Balance analytique**, d'une précision de pesée de ± 1 mg ou plus et d'une capacité de lecture de $\pm 0,1$ mg ou plus.
- 6.12 **Gaz vecteur**, hydrogène ou hélium.
- 6.13 **Gaz auxiliaires**, comme l'air, l'hydrogène et l'azote.

7 Préparation des solutions

7.1 Solution mère de 1,2,4-butanetriol, 1 mg/ml

Peser, à 0,1 mg près, 40 mg à 60 mg de 1,2,4-butanetriol (5.6) dans une fiole jaugée de 50 ml (6.3) et la remplir jusqu'au trait avec de la pyridine (5.2 ou 5.10).

7.2 Solution mère de glycérol, 0,5 mg/ml

Peser, à 0,1 mg près, 40 mg à 60 mg de glycérol (5.5) dans une fiole jaugée de 10 ml (6.5) et la remplir jusqu'au trait avec de la pyridine (5.2 ou 5.10). À l'aide d'une pipette (6.7), transférer 1 ml de cette solution dans une fiole jaugée de 10 ml (6.5) et la remplir jusqu'au trait de jauge avec de la pyridine (5.2 ou 5.10).

7.3 Solution mère de glycérides étalons, 2,5 mg/ml

Pour chaque glycéride de référence, mononadécanoate (5.7), dinonadécanoate (5.8) et trionadécanoate (5.9), peser, à 0,1 mg près, 40 mg à 60 mg dans une fiole jaugée unique de 20 ml (6.4) et la remplir jusqu'au trait de jauge avec du tétrahydrofurane (5.3).

La solution doit être parfaitement limpide à température ambiante. Après conservation dans un réfrigérateur à 4 °C, il se peut que la solution forme un précipité qui doit se redissoudre spontanément une fois la solution remise à température ambiante sans autre dispositif de chauffage externe.

NOTE Si elle est conservée à 4 °C, la solution est stable pendant une durée de près de 3 mois.

7.4 Mélange commercial de monoglycérides

Constitué de monopalmitoylglycérol (monopalmitine), de monostéaroylglycérol (monostéarine) et de monooléoylglycérol (monooléine), présents en quantité pondérale identique.

Préparer une solution mère de ce mélange en pesant environ 100 mg dans une fiole jaugée de 10 ml (6.5) et la remplir jusqu'au trait de jauge avec de la pyridine (5.2 ou 5.10).