

ILNAS

Institut luxembourgeois de la normalisation
de l'accréditation, de la sécurité et qualité
des produits et services

ILNAS-EN 14105:2003

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

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

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

Avant-propos national

Cette Norme Européenne EN 14105:2003 a été adoptée comme Norme Luxembourgeoise ILNAS-EN 14105:2003.

Toute personne intéressée, membre d'une organisation basée au Luxembourg, peut participer gratuitement à l'élaboration de normes luxembourgeoises (ILNAS), européennes (CEN, CENELEC) et internationales (ISO, IEC) :

- Influencer et participer à la conception de normes
- Anticiper les développements futurs
- Participer aux réunions des comités techniques

<https://portail-qualite.public.lu/fr/normes-normalisation/participer-normalisation.html>

CETTE PUBLICATION EST PROTÉGÉE PAR LE DROIT D'AUTEUR

Aucun contenu de la présente publication ne peut être reproduit ou utilisé sous quelque forme ou par quelque procédé que ce soit - électronique, mécanique, photocopie ou par d'autres moyens sans autorisation préalable !

ICS 67.200.10

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 - Méthode de référence

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

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

La présente Norme européenne a été adoptée par le CEN le 2 janvier 2003.

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. Les listes mises à jour et les références bibliographiques relatives à ces normes nationales peuvent être obtenues auprès du Centre de Gestion ou auprès des membres du CEN.

La présente Norme européenne existe 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, a le même statut que les versions officielles.

Les membres du CEN sont les organismes nationaux de normalisation des pays suivants: Allemagne, Autriche, Belgique, Danemark, Espagne, Finlande, France, Grèce, Hongrie, Irlande, Islande, Italie, Luxembourg, Malte, Norvège, Pays-Bas, Portugal, République Tchèque, Royaume-Uni, Slovaquie, Suède et Suisse.



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

Centre de Gestion: rue de Stassart, 36 B-1050 Bruxelles

Avant-propos

Le présent document (EN 14105:2003) a été élaboré par le Comité Technique CEN/TC 307 "Oléagineux, corps gras d'origines végétale et animale et leurs co-produits - Méthodes d'échantillonnage et d'analyse", dont le secrétariat est tenu par AFNOR.

Cette Norme européenne devra recevoir le statut de norme nationale, soit par publication d'un texte identique, soit par entérinement, au plus tard en octobre 2003, et toutes les normes nationales en contradiction devront être retirées au plus tard en octobre 2003.

Le présent document a été élaboré dans le cadre du mandat M/245 relatif aux esters méthyliques d'acides gras (EMAG) donné au CEN par la Commission européenne et l'Association Européenne de Libre Echange.

Les annexes A à D sont informatives.

Selon le Règlement Intérieur du CEN/CENELEC, les instituts de normalisation nationaux des pays suivants sont tenus de mettre cette Norme européenne en application : Allemagne, Autriche, Belgique, Danemark, Espagne, Finlande, France, Grèce, Hongrie, Irlande, Islande, Italie, Luxembourg, Malte, Norvège, Pays-Bas, Portugal, République Tchèque, Royaume-Uni, Slovaquie, Suède et Suisse.

1 Domaine d'application

La présente Norme européenne spécifie une méthode de détermination des teneurs en glycérol libre et en mono-, di- et triglycérides résiduels dans les esters méthyliques d'acides gras (EMAG) destinés à être incorporés dans des huiles minérales. La teneur en glycérol total est ensuite calculée à partir des résultats obtenus.

Cette méthode est adaptée aux EMAG d'huiles de colza, de tournesol et de soja mais pas aux EMAG à base d'huile de coprah ou de palmiste ou en contenant en raison du risque de superposition des pics.

AVERTISSEMENT — La présente méthode peut mettre en jeu des substances, des opérations et des équipements dangereux. Elle n'a pas la prétention de prendre en compte tous les problèmes de sécurité associés à son utilisation. Il est de la responsabilité de l'utilisateur de la présente méthode de consulter et de mettre en place les mesures appropriées de sécurité et de protection de la santé, et de déterminer l'applicabilité des dispositions faisant l'objet de la méthode avant utilisation.

2 Principe

Transformation du glycérol et des mono- et diglycérides en dérivés silylés plus volatils en présence de pyridine et de N-méthyl-N-triméthylsilyltrifluoroacétamide (MSTFA).

Analyse des dérivés silylés 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 à ionisation de flamme.

Après une procédure d'étalonnage, la quantification est réalisée en présence de deux étalons internes :

- le 1,2,4-butanetriol destiné à la détermination du glycérol libre ;
- le 1,2,3-tricaproylglycérol (tricaprine) destiné à la détermination des glycérides (mono-, di- et tri-).

3 Réactifs

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

3.1 N-Méthyl-N-triméthylsilyltrifluoroacétamide (MSTFA).

3.2 Pyridine, conservée sur tamis moléculaire.

3.3 n-Heptane.

3.4 1,2,4-Butanetriol (étalon interne n° 1).

3.5 1,2,3-Tricaproylglycérol (tricaprine) (étalon interne n° 2).

3.6 Produits de référence : glycérol, 1-monooléoylglycérol (monooléine), 1,3-dioléoylglycérol (dioléine), 1,2,3-trioléoylglycérol (trioléine), purs et de qualité pour chromatographie en phase gazeuse.

3.7 Solution mère d'étalon interne n° 1, à 1 mg/ml.

Peser avec précision (à $\pm 0,1$ mg près) environ 50 mg de 1,2,4-butanetriol (3.4) dans une fiole jaugée de 50 ml (4.4) et ajuster au trait de jauge avec de la pyridine (3.2).

3.8 Solution mère d'étalon interne n° 2, à 8 mg/ml.

Peser avec précision (à $\pm 0,1$ mg près) environ 80 mg de 1,2,3-tricaproylglycérol (3.5) dans une fiole jaugée de 10 ml (4.5) et ajuster au trait de jauge avec de la pyridine (3.2).

3.9 Solution mère de glycérol, à 0,5 mg/ml.

Peser avec précision (à $\pm 0,1$ mg près) environ 50 mg de glycérol (3.6) dans une fiole jaugée de 10 ml (4.5) et ajuster au trait de jauge avec de la pyridine (3.2). A l'aide d'une pipette (4.7), transférer, 1 ml de cette solution dans une fiole jaugée de 10 ml (4.5) et ajuster au trait de jauge avec de la pyridine (3.2).

3.10 Solutions mères de glycérides, à 5 mg/ml.

Pour chaque glycéride de référence, mono-, di- et trioléine (3.6), peser avec précision (à $\pm 0,1$ mg près) environ 50 mg dans une fiole jaugée de 10 ml (4.5) et ajuster au trait de jauge avec de la pyridine (3.2).

3.11 Mélange commercial de monoglycérides ¹⁾

Constitué de monopalmitoylglycérol (monopalmitine), 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 (4.5) et ajuster au trait de jauge avec de la pyridine (3.2).

3.12 Solutions d'étalonnage

Préparer extemporanément quatre solutions d'étalonnage en introduisant dans une série de flacons (4.6), à l'aide de microseringues (4.8 et 4.9), les volumes de solutions mères de produits de référence (3.9 et 3.10) et d'étalons internes (3.7 et 3.8) indiqués dans le Tableau 1. Choisir la seringue selon les indications du Tableau 1. Ne pas utiliser les seringues au maximum de leur capacité mais seulement à la moitié de leur volume (pour doser par exemple 100 μ l à l'aide d'une seringue de 100 μ l injecter 2fois 50 μ l). Vérifier que l'aiguille et le corps de la seringue sont exempts de bulles d'air et ne mesurer les volumes que par différence (pour injecter par exemple 80 μ l, remplir la seringue à 100 μ l et la vider jusqu'au trait indiquant 20 μ l).

NOTE Les solutions étalons silylées ne restent stables qu'un seul jour.

Tableau 1 — Préparation des solutions d'étalonnage

Solutions d'étalonnage	1	2	3	4	Syringe, ml
μ l de solution de glycérol	10	40	70	100	100
μ l de solution de monooléine	50	120	190	250	500
μ l de solution de dioléine	10	40	70	100	100
μ l de solution de trioléine	10	30	60	80	100
μ l de solution d'étalon interne n°1	80	80	80	80	100
μ l de solution d'étalon interne n°2	100	100	100	100	500

3.13 Gaz vecteur, hydrogène ou hélium.

3.14 Gaz auxiliaires

- air ;
- hydrogène.

¹⁾ Produits disponibles dans le commerce chez SIGMA, référence 178-8 (par exemple). Cette information est donnée par souci de commodité à l'intention des utilisateurs de la présente Norme européenne et ne saurait constituer un engagement du CEN à l'égard de ce produit.

4 Appareillage

Utiliser du matériel courant de laboratoire et, en particulier, ce qui suit :

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

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

- phase stationnaire de type diméthylpolysiloxane à 100 % ou 95 %-diméthylpolysiloxane et 5 %-diphénylpolysiloxane ;
- longueur 10 m ;
- diamètre interne 0,32 mm ;
- épaisseur de film 0,1 µm.

4.3 Conditions opératoires

Les conditions d'analyse chromatographique seront choisies en tenant compte des caractéristiques de la colonne utilisée et de la nature du gaz vecteur (hydrogène ou hélium). Il est cependant recommandé de respecter une durée d'analyse d'environ 30 min pour permettre l'élution des triglycérides.

À titre indicatif, un exemple de conditions d'analyse est décrit ci-dessous :

- température de colonne : 50 °C pendant 1 min, programmation à 15 °C/min jusqu'à 180 °C, programmation à 7 °C/min jusqu'à 230 °C, programmation à 10 °C/min jusqu'à 370 °C, température finale maintenue pendant 5 min ;
- température du détecteur : 380 °C ;
- pression du gaz vecteur (H₂) : 80 kPa ;
- volume injecté : 1 µl.

4.4 Fiole jaugée, de capacité 50 ml.

4.5 Fioles jaugées, de capacité 10 ml.

4.6 Flacons munis de bouchon à face téflonnée, de capacité 10 ml.

4.7 Pipette jaugée, de capacité 1 ml.

4.8 Microseringue, de capacité 100 µl.

4.9 Microseringue, de capacité 500 µl.

4.10 Microseringue, de capacité 1 µl, spécialement conçue pour un injecteur on-column.

4.11 Éprouvette graduée, de capacité 10 ml.

4.12 Balance analytique, capable de mesurer à 0,1 mg près.