

NORME  
INTERNATIONALE

ISO  
8292

Première édition  
1991-12-01

---

---

**Corps gras d'origines animale et végétale —  
Détermination de la teneur en corps gras  
solides — Méthode par résonance magnétique  
nucléaire pulsée**

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

*Animal and vegetable fats and oils — Determination of solid fat  
content — Pulsed nuclear magnetic resonance method*

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7424d41f-5cb2-45c0-8b4e-8cae1afccfef/iso-8292-1991>



Numéro de référence  
ISO 8292:1991(F)

## 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 (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 8292 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits agricoles alimentaires*, sous-comité SC 11, *Corps gras d'origines animale et végétale*.

L'annexe A de la présente Norme internationale est donnée uniquement à titre d'information.

© ISO 1991

Droits de reproduction réservés. 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 et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

Organisation internationale de normalisation  
Case Postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse

Imprimé en Suisse

# Corps gras d'origines animale et végétale — Détermination de la teneur en corps gras solides — Méthode par résonance magnétique nucléaire pulsée

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode de détermination de la teneur en corps gras solides dans les corps gras d'origines animale et végétale (désignés ci-après par «corps gras») par résonance magnétique nucléaire pulsée à basse résolution. Des prétraitements thermiques sont indiqués, suivant que le corps gras présente, ou non, un polymorphisme prononcé.

NOTE 1 Des exemples de corps gras présentant un polymorphisme prononcé sont le beurre de cacao et les corps gras contenant des quantités notables de triacylglycérol 2-insaturé et 1,3-saturé.

## 2 Référence normative

La norme suivante contient des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Au moment de la publication, l'édition indiquée était en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer l'édition la plus récente de la norme indiquée ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 661:1989, *Corps gras d'origines animale et végétale — Préparation de l'échantillon pour essai.*

## 3 Définition

Pour les besoins de la présente Norme internationale, la définition suivante s'applique.

**3.1 teneur en corps gras solide:** Pourcentage en masse de corps gras à l'état solide à une température spécifiée et mesuré par résonance magnétique

nucléaire pulsée dans les conditions spécifiées dans la présente Norme internationale.

## 4 Principe

Préparation de prises d'essai à des températures spécifiées. Mesure des signaux de décroissance de l'aimantation émis par des protons de corps gras liquides et solides, par résonance magnétique nucléaire pulsée, avec calcul et affichage automatiques de la teneur en corps gras solides.

## 5 Matériau

**Substance d'étalonnage,** de réponse d'appareil connue.

NOTE 2 Des substances d'étalonnage de réponses connues sont fournies par le fabricant de l'appareil. Des substances donnant des réponses de 0 % (*m/m*) et d'environ 35 % (*m/m*) et de 70 % (*m/m*) conviennent. Ces réponses sont constantes pour toutes les températures de mesurage.

## 6 Appareillage

**6.1 Tubes de mesurage,** adaptés à l'appareil de résonance magnétique nucléaire.

**6.2 Blocs en métal, de préférence en aluminium,** présentant des trous. Le diamètre des trous ne doit pas être supérieur de plus de 0,4 mm au diamètre moyen des tubes de mesurage. La profondeur des trous doit être telle que le niveau du corps gras soit approximativement à 10 mm en dessous de la surface supérieure du bloc. L'épaisseur du métal sous les trous et la distance entre le bord d'un trou périphérique et la face latérale la plus proche doivent être de 10 mm. La distance entre les axes de deux trous adjacents doit être supérieure de 7 mm au diamètre des trous. Un bloc est nécessaire pour chaque bain d'eau utilisé.

**6.3 Supports métalliques**, d'une profondeur telle que la surface du corps gras soit à 5 mm en dessous de la surface du bain dans lequel le support est placé.

**6.4 Bains d'eau**, pouvant être maintenus à  $80\text{ °C} \pm 0,1\text{ °C}$ ,  $60\text{ °C} \pm 0,1\text{ °C}$ ,  $26\text{ °C} \pm 0,1\text{ °C}$  et  $10\text{ °C} \pm 0,1\text{ °C}$ .

**6.5 Bains d'eau**, précis à  $\pm 0,1\text{ °C}$ , pour chacune des températures de mesurage et contenant chacun, un des blocs en métal (6.2) maintenus de façon que la surface supérieure du bloc soit à 5 mm au-dessus de la surface du liquide.

**6.6 Bain liquide antigél**, pouvant être maintenu à  $0\text{ °C} \pm 0,1\text{ °C}$ .

**6.7 Appareil de résonance magnétique nucléaire pulsée**, à faible résolution, présentant les caractéristiques suivantes:

- a) un aimant d'un champ suffisamment uniforme pour que la période d'aimantation d'un échantillon de référence de corps gras liquide soit supérieure à  $1\ 000\ \mu\text{s}$ ;
- b) temps mort de mesure, amplitude d'impulsions comprises, inférieur à  $10\ \mu\text{s}$ ;
- c) dispositif de mesurage automatique, fonctionnant dès l'insertion des tubes de mesurage;
- d) temps de répétition du mesurage réglable;
- e) raccord, prévu dans la zone d'aimantation pour la mise en place de tubes de mesurage (6.1);
- f) voltmètre numérique pour des mesurages directs.

#### NOTES

3 Il est recommandé de prévoir un ordinateur, capable d'effectuer automatiquement trois mesurages successifs chacun à  $10\ \mu\text{s}$  et  $70\ \mu\text{s}$  à des intervalles de 2 s, et de calculer la teneur moyenne en solides qui sera lue directement sur l'écran du voltmètre numérique.

4 Un appareil du type Bruker Minispec<sup>1)</sup> convient.

5 Il est recommandé que la zone de travail soit maintenue à une température inférieure à celle à laquelle l'aimant est stabilisé.

6 Pour les déterminations faites sur le beurre de cacao et des corps gras analogues, l'ordinateur sera réglé de façon à maintenir un intervalle de 6 s entre deux mesu-

rages successifs. Le résultat affiché provient donc d'une seule détermination.

## 7 Échantillonnage

Il convient que l'échantillonnage ait été effectué conformément à l'ISO 5555.

## 8 Préparation de l'échantillon pour essai

Préparer l'échantillon pour essai conformément à l'ISO 661.

## 9 Mode opératoire

### 9.1 Prétraitement thermique

Remplir un tube (6.1) pour chaque température de mesurage ( $T$ ), d'une portion de l'échantillon pour essai (article 8). Placer le tube successivement dans les bains d'eau aux températures et aux temps indiqués ci-après de 9.1.1 à 9.1.4, en ayant soin d'essuyer le tube avant de le placer dans le bloc à introduire dans le bain d'eau (6.5) à  $T\text{ °C}$ .

Si des durées supérieures sont retenues, celles-ci doivent être les mêmes pour tous les échantillons.

#### 9.1.1 Corps gras non décrits en 9.1.2, 9.1.3 ou 9.1.4

Faire fondre l'échantillon à  $80\text{ °C}$ .

Le conserver à

$60\text{ °C}$  pendant 5 min (ou plus).

$0\text{ °C}$  pendant  $60\text{ min} \pm 2\text{ min}$ .

$T\text{ °C}$  pendant 30 min (ou plus).

#### 9.1.2 Suif et fractions de suif (stéarine du suif, huile liquide)

Faire fondre l'échantillon à  $80\text{ °C}$ .

Le conserver à

$60\text{ °C}$  pendant 15 min (ou plus).

$0\text{ °C}$  pendant  $24\text{ h} \pm 0,5\text{ h}$ .

$T\text{ °C}$  pendant 30 min (ou plus).

#### 9.1.3 Huile de palmiste

Faire fondre l'échantillon à  $80\text{ °C}$ .

1) Bruker Minispec est un exemple d'appareil approprié disponible sur le marché. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente Norme internationale et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif de l'appareil ainsi désigné.

Le conserver à

60 °C pendant 5 min (ou plus).

10 °C pendant 16 h  $\pm$  0,5 h.

T °C pendant 30 min (ou plus).

#### 9.1.4 Beurre de cacao et autres corps gras présentant un polymorphisme prononcé

Faire fondre l'échantillon à 80 °C.

Le conserver à

60 °C pendant 5 min (ou plus).

0 °C pendant 90 min  $\pm$  5 min.

26 °C pendant 40 h  $\pm$  0,5 h.

0 °C pendant 90 min  $\pm$  5 min.

T °C pendant 60 min (ou plus).

## 9.2 Détermination

9.2.1 Préparer l'appareil de résonance magnétique nucléaire (6.7) conformément aux instructions du fabricant, en utilisant la substance d'étalonnage (voir article 5) comme nécessaire à chaque température de mesurage.

9.2.2 Retirer les tubes des blocs, un à un après le temps approprié (voir 9.1.1 à 9.1.4), les essuyer pour enlever toute condensation et les placer immédiatement dans l'appareil. Lire la teneur en corps gras solides sur l'affichage numérique.

## 9.3 Nombre de déterminations

Effectuer deux déterminations à chaque température choisie sur des prises d'essai provenant du même échantillon pour essai.

## 10 Expression des résultats

Si les conditions de répétabilité sont remplies (11.2), exprimer le résultat en prenant la moyenne de deux déterminations.

## 11 Fidélité

### 11.1 Résultats statistiques

Des études en commun réalisées sur le plan international sur quatre types de corps gras, ne présentant pas un polymorphisme prononcé, avec la participation de 36 laboratoires et organisées par «Unilever Research Laboratory, Vlaardingen», ont donné les résultats (déterminés selon l'ISO 5725) figurant dans le tableau 1.

Tableau 1 — Résumé statistique des résultats des études en commun

Teneur en corps gras solide % (m/m)	Répétabilité		Reproductibilité	
	absolue %	relative %	absolue %	relative %
10	1,0	10	1,8	18
30	1,3	4,3	2,8	9,3
50	1,6	3,2	3,8	7,6
60	1,8	2,7	4,8	6,9

NOTE — Les corps gras sur lesquels ont porté l'étude en commun ont été des huiles de poisson, de palme, du lard et une margarine. Aucun de ces corps gras ne présentait de polymorphisme.

### 11.2 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 l'essai dans le même laboratoire et par le même opérateur utilisant le même appareillage et dans un court intervalle de temps, ne doit pas être supérieure à la valeur donnée dans le tableau 1 pour la teneur en corps gras solide appropriée.

### 11.3 Reproductibilité

La différence absolue entre deux résultats d'essai individuels, obtenus à l'aide de la même méthode sur un matériau identique soumis à l'essai dans des laboratoires différents par des opérateurs différents,

utilisant des appareillages différents, ne doit pas être supérieure à la valeur donnée dans le tableau 1 pour la teneur en corps gras solide approprié plus d'une fois sur 20, au niveau de signification de 90 %.

### 12 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit indiquer la méthode et l'instrument utilisés, les températures de mesurage et les résultats obtenus. Il doit en outre mentionner tous les détails de fonctionnement non spécifiés dans la présente Norme internationale ou facultatifs, ainsi que les incidents susceptibles d'avoir agi sur les résultats.

Le rapport d'essai doit donner tous les détails nécessaires à l'identification complète de l'échantillon.

## iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 8292:1991](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7424d41f-5cb2-45c0-8b4e-8cae1afccfef/iso-8292-1991)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7424d41f-5cb2-45c0-8b4e-8cae1afccfef/iso-8292-1991>

**Annexe A**  
**(informative)**

**Bibliographie**

- [1] ISO 5555:1991, *Corps gras d'origines animale et végétale — Échantillonnage.*
- [2] ISO 5725:1986, *Fidélité des méthodes d'essai — Détermination de la répétabilité et de la reproductibilité d'une méthode d'essai normalisée par essais interlaboratoires.*

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO 8292:1991](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7424d41f-5cb2-45c0-8b4e-8cae1afccfef/iso-8292-1991)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7424d41f-5cb2-45c0-8b4e-8cae1afccfef/iso-8292-1991>

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 8292:1991

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7424d41f-5cb2-45c0-8b4e-8cae1afccfef/iso-8292-1991>

---

---

**CDU 665.2/.3:543.85**

**Descripteurs:** produit agricole, produit alimentaire, corps gras animal, corps gras végétal, huile animale, huile végétale, analyse chimique, dosage, corps gras, méthode par résonance magnétique nucléaire.

Prix basé sur 5 pages

---

---