
**Corps gras d'origines animale et
végétale — Détermination, par
spectrométrie infrarouge, des isomères
trans isolés**

*Animal and vegetable fats and oils — Determination of isolated trans
isomers by infrared spectrometry*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 13884:2003](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/702da3c3-dd86-4d2a-92d1-1b955a1a5c86/iso-13884-2003)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/702da3c3-dd86-4d2a-92d1-1b955a1a5c86/iso-13884-2003>



PDF – Exonération de responsabilité

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 13884:2003](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/702da3c3-dd86-4d2a-92d1-1b955a1a5c86/iso-13884-2003)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/702da3c3-dd86-4d2a-92d1-1b955a1a5c86/iso-13884-2003>

© ISO 2003

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, 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'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax. + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Publié en Suisse

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 Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. 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.

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.

L'ISO 13884 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits alimentaires*, sous-comité SC 11, *Corps gras d'origines animale et végétale*.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/702da3c3-dd86-4d2a-92d1-1b955a1a5c86/iso-13884-2003>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 13884:2003

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/702da3c3-dd86-4d2a-92d1-1b955a1a5c86/iso-13884-2003>

Corps gras d'origines animale et végétale — Détermination, par spectrométrie infrarouge, des isomères *trans* isolés

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode pour la détermination précise des liaisons *trans* isolées dans les acides gras à longue chaîne, dans les esters d'acides gras et dans les triglycérides ayant des niveaux d'isomères *trans* ≥ 5 %, naturels ou de synthèse.

La méthode n'est pas applicable, ou n'est applicable qu'en prenant certaines précautions,

- aux graisses et huiles contenant des niveaux élevés (supérieurs à 5 %) d'insaturés conjugués (par exemple l'huile de bois de Chine),
- aux matériaux contenant des groupes fonctionnels modifiant l'intensité de la déformation C–H sur la double liaison *trans* [par exemple l'huile de ricin qui contient de l'acide ricinoléique ou son isomère géométrique, l'acide ricinolaïdique (acide 12-hydroxy-9-octadécénoïque)],
- aux triglycérides mixtes ayant des portions à chaîne longue et courte (par exemple la diacétostéarine), ni, en général,
- à tout matériau contenant des composants ayant des groupes fonctionnels qui donnent lieu à des bandes d'absorption spécifiques situées sur la bande 966 cm^{-1} de la déformation C–H de la double liaison *trans* isolée ou étant suffisamment proche pour interférer avec cette bande.

NOTE Les diènes, par exemple les diènes *cis–trans* et *trans–trans*, peuvent modifier l'étalonnage.

Pour des dosages précis des matériaux ayant des niveaux *trans* inférieurs à 5 %, une méthode normalisée par chromatographie en phase gazeuse sur colonne capillaire est recommandée (voir, par exemple, l'ISO 15304).

2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application 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 661, *Corps gras d'origines animale et végétale — Préparation de l'échantillon pour essai*

ISO 5509, *Corps gras d'origines animale et végétale — Préparation des esters méthyliques d'acides gras*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

3.1

pourcentage d'acides gras *trans*

% *trans*

quantité de substances dans l'échantillon, exprimée en termes de masse équivalente d'oléate de méthyle, divisée par la masse de l'échantillon exprimée en grammes par 10 ml de solvant

4 Principe

Dans la plupart des graisses et des huiles végétales produites naturellement, les composants insaturés contiennent uniquement des doubles liaisons isolées (c'est-à-dire non conjuguées) de configuration *cis*. Ces liaisons *cis* peuvent être isomérisées en configuration *trans* lors de procédés d'extraction et de traitement en raison de l'oxydation, de transformations lors du chauffage, et/ou de l'hydrogénation partielle. Les graisses et huiles animales et marines peuvent contenir des quantités mesurables d'isomères *trans* d'origine naturelle. Les liaisons *trans* isolées dans les acides gras à longue chaîne, dans les esters d'acides gras et dans les triglycérides peuvent être mesurées par spectrophotométrie infrarouge (IR). Une bande d'absorption avec un maximum à 966 cm^{-1} ($10,3\text{ }\mu\text{m}$), due à une déformation C–H sur une double liaison *trans*, est présente sur les spectres de tous les composés contenant un groupe *trans* isolé. Cette bande n'est pas observée sur les spectres des composés *cis* et saturés correspondants. Le mesurage de l'intensité de cette bande d'absorption dans des conditions d'analyse contrôlées est la base d'une méthode quantitative pour la détermination de la teneur en *trans* isolés. Pour obtenir une meilleure précision, les absorptions interférentes communes associées au radical glycérol des triglycérides et aux groupes carboxyliques des acides gras doivent être éliminées par conversion de ces échantillons en leurs esters méthyliques avant de procéder à l'analyse.

5 Réactifs

ISO 13884:2003

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/702da3c3-dd86-4d2a-92d1-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/702da3c3-dd86-4d2a-92d1-1b955a1a5f86/iso-13884-2003)

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

5.1 Sulfure de carbone (CS_2), anhydre.

AVERTISSEMENT — L'inhalation prolongée de vapeurs de sulfure de carbone est dangereuse. Il convient de manipuler ce solvant uniquement dans des conditions d'aération adéquate, de préférence sous une hotte.

5.2 Étalons primaires: oléate de méthyle et oléate de méthyle, d'une pureté de 99 %.¹⁾

6 Appareillage

6.1 Spectromètre infrarouge (FT-IR ou dispersif), pouvant effectuer des mesurages à une résolution de 4 cm^{-1} dans la plage spectrale couvrant $1\ 050\text{ cm}^{-1}$ à 900 cm^{-1} .

Il est souhaitable que le système de traitement des données de l'instrument permette la conversion des spectres en absorbance, l'expansion d'échelle des axes x et y et la lecture des nombres d'ondes à 1 cm^{-1} près et de l'absorbance à 0,001 unité d'absorbance près. Il convient que les spectrophotomètres FT-IR utilisent des détecteurs TGS ou DTGS ou garantissent la linéarité.

1) Ces produits sont disponibles auprès de Nu-Check-Prep, Inc., Elysian, MN, États-Unis. 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 des produits ainsi désignés. Des produits équivalents peuvent être utilisés s'il est démontré qu'ils conduisent aux mêmes résultats.

6.2 Cellules infrarouges pour l'échantillonnage de liquide, avec fenêtres NaCl ou KBr et un parcours optique fixe de 1 mm.

L'utilisation d'appareils réalisant un autozéro requiert l'emploi de paires de cellules identiques à 0,01 unité d'absorbance près. Pour les instruments de type à faisceau divisé, les deux cellules étant remplies de solvant (5.1), il convient d'obtenir l'équilibre électronique des deux faisceaux dans les limites fixées ci-dessus.

6.3 Fioles jaugées, classe A, de 10 ml, 25 ml et 50 ml de capacité.

6.4 Pipettes, classe A, de 1 ml, 3 ml, 4 ml, 5 ml, 7 ml et 9 ml de capacité.

6.5 Pipettes Pasteur jetables, pour remplir les cellules infrarouges d'échantillon pour essai.

6.6 Balance analytique, d'une capacité de 60 g, pouvant peser 0,2 g avec une précision de $\pm 0,0001$ g.

7 Échantillonnage

L'échantillonnage ne fait pas partie de la méthode spécifiée dans la présente Norme internationale. Une méthode d'échantillonnage recommandée est donnée dans l'ISO 5555.

Il est important que le laboratoire reçoive un échantillon réellement représentatif, non endommagé ni modifié lors du transport et de l'entreposage.

8 Préparation de l'échantillon pour essai

Préparer les échantillons pour essai conformément à l'ISO 661.

Les échantillons de laboratoire de graisses solides doivent être fondus complètement dans un bain-marie à une température ne dépassant pas de plus de 10 °C le point de fusion de l'échantillon. Il convient que l'échantillon pour laboratoire fondu soit complètement mélangé avant de prélever l'échantillon pour essai. Il convient de traiter avec du sulfate de sodium anhydre les échantillons pour laboratoire paraissant troubles en raison de la présence d'eau et de les filtrer avant le prélèvement de l'échantillon pour essai.

9 Mode opératoire

9.1 Préparation des étalons

9.1.1 Solutions mères

Peser, à 0,0001 g près, $0,5 \pm 0,01$ g d'oléate de méthyle (5.2) dans une fiole jaugée de 25 ml (6.3). Ajuster au trait avec du solvant (5.1), boucher et homogénéiser. Préparer une seconde solution d'oléate de méthyle (5.2) en procédant exactement de la même manière. Ces solutions mères ont une concentration de 0,020 g/ml. Préparer une solution diluée à 0,0020 g/ml d'oléate de méthyle en pipettant 5,00 ml de la solution mère d'oléate de méthyle à 0,020 g/ml dans une fiole jaugée de 50 ml (6.3). Ajuster au trait avec du solvant (5.1), boucher et homogénéiser.

9.1.2 Étalons 1 %, 4 % et 7 % *trans*

Dans des fioles jaugées de 10 ml (6.3), peser, à 0,0001 g près, la masse d'oléate de méthyle (5.2) spécifiée à 0,005 g près dans le Tableau 1. Aspirer à l'aide d'une pipette (6.4) le volume spécifié correspondant de solution diluée d'oléate de méthyle à 0,0020 g/ml (9.1.1) dans chacune des fioles jaugées de 10 ml. Ajuster au trait avec du solvant (5.1), boucher et homogénéiser.

Tableau 1 — Proportions pour les étalons 1 %, 4 % et 7 % *trans*

Teneur nominale en isomères <i>trans</i> %	Solution d'élaidate de méthyle ml	Oléate de méthyle g
1	1,00	0,198
4	4,00	0,192
7	7,00	0,186

9.1.3 Étalons 10 %, 30 %, 50 % et 70 % *trans*

Dans des fioles jaugées de 10 ml (6.3), pipetter les volumes de solutions mères à 0,020 g/ml d'élaidate de méthyle et d'oléate de méthyle (9.1.1) spécifiés dans le Tableau 2. Vérifier que les volumes pipetés remplissent avec précision les fioles jaugées jusqu'à la graduation de 10 ml.

Tableau 2 — Proportions pour les étalons 10 %, 30 %, 50 % et 70 % *trans*

Teneur nominale en isomères <i>trans</i> %	Solution d'élaidate de méthyle ml	Solution d'oléate de méthyle ml
10	1,00	9,00
30	3,00	7,00
50	5,00	5,00
70	7,00	3,00

ISO 13884:2003

9.2 Étalonnage

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/702da3c3-dd86-4d2a-92d1-1b955a1a5c86/iso-13884-2003>

9.2.1 Généralités

Pour chaque étalon (9.1.2 et 9.1.3), calculer la masse exacte d'élaidate de méthyle dilué dans 10 ml de solvant.

Analyser chaque étalon (9.1.2 et 9.1.3) et déterminer l'absorbance infrarouge corrigée de la ligne de base à 966 cm^{-1} comme décrit en 9.2.2 et 9.2.3.

9.2.2 Pour une teneur en isomères *trans* ≤ 10 %

À l'aide d'une analyse par régression linéaire, déterminer la pente et le point d'intersection de la droite qui s'ajuste le mieux au tracé de l'absorbance corrigée de l'axe de référence à 966 cm^{-1} pour les étalons 1 %, 4 %, 7 % et 10 % *trans* (axe *y*) en fonction des grammes d'élaidate de méthyle par 10 ml de solution (axe *x*).

9.2.3 Pour une teneur en isomères *trans* > 10 %

Répéter l'étape d'étalonnage décrite en 9.2.2 pour les étalons 7 %, 10 %, 30 %, 50 % et 70 % *trans*.

9.3 Préparation des esters méthyliques

9.3.1 Transformer une portion de 0,5 g à 1,0 g d'échantillon (Article 8) en esters méthyliques à l'aide de la méthode donnée dans l'ISO 5509 ou de toute autre méthode normalisée reconnue, appropriée au type d'échantillon (par exemple références [4], [5] et [6]).

9.3.2 Peser, à 0,000 1 g près, $0,20\text{ g} \pm 0,01\text{ g}$ d'esters méthyliques purs préparés (9.3.1) dans une fiole jaugée de 10 ml (6.3). Ajuster au trait avec du solvant (5.1), boucher et homogénéiser.

Dans le cas de corps gras contenant des acides gras à courte chaîne, il convient de prendre des précautions lors de la préparation et de la concentration des esters méthyliques afin de réduire la perte des fractions les plus volatiles.

9.4 Détermination

9.4.1 Généralités

Régler les paramètres de fonctionnement du spectromètre infrarouge (6.1) conformément aux recommandations du fabricant afin d'obtenir des spectres infrarouges avec une résolution de 4 cm^{-1} dans la plage spectrale couvrant $1\,050 \text{ cm}^{-1}$ à 900 cm^{-1} . Il convient que les conditions utilisées soient identiques pour les étalons et les échantillons.

Une fois les données d'étalonnage établies, il convient de vérifier régulièrement leur validité. Pour obtenir l'exactitude et la précision quantitatives maximales, il convient de métyler une référence primaire ou secondaire et de les analyser avec chaque groupe d'échantillons, puis de vérifier que le niveau mesuré de *trans* coïncide avec la valeur moyenne connue ou établie.

Il convient de contrôler les spectromètres infrarouges pour s'assurer qu'ils fonctionnent dans les conditions établies par le fabricant. Les contrôles doivent comprendre la détermination du rapport signal/bruit ainsi que la précision photométrique et de la longueur d'onde.

9.4.2 Instruments monofaisceau

Remplir une cellule infrarouge propre pour liquide (6.2) avec du solvant (5.1). Éliminer les bulles d'air, boucher et placer dans le support de cellule du spectromètre. Enregistrer le spectre monofaisceau devant être utilisé comme référence (fond). Remplir à nouveau la cellule propre avec de la solution obtenue en 9.3.2 et enregistrer le spectre monofaisceau de l'échantillon. Corriger le spectre de l'échantillon du bruit de fond et convertir en unités d'absorbance.

ISO 13884:2003

<https://standards.jtch.ai/catalog/standards/sist/702da3c3-dd86-4d2a-92d1-1b955a1a5c66/iso-13884-2003>

9.4.3 Instruments à faisceau divisé ou à double faisceau

Remplir une cellule infrarouge propre pour liquide (6.2) avec du solvant (5.1). Éliminer les bulles d'air, boucher et placer dans le support de cellule du faisceau de référence. Remplir une autre cellule identique (6.2) avec de la solution obtenue en 9.3.2. Éliminer les bulles d'air, boucher et placer dans le support de cellule du faisceau d'échantillon. Enregistrer le spectre et convertir en unités d'absorbance.

10 Expression des résultats

10.1 L'échelle du spectre de l'échantillon étant étendue dans la zone couvrant $1\,050 \text{ cm}^{-1}$ à 900 cm^{-1} , tracer un axe de référence (*XY*) tangent à la «base» de la bande d'absorbance infrarouge à 966 cm^{-1} comme indiqué à la Figure 1. Les points du spectre entre lesquels la droite *XY* est tracée varient en fonction de l'absorbance de pic. Pour des résultats précis, les axes de référence doivent être tracés de la même manière pour les étalons et les échantillons. En ce qui concerne les échantillons ayant une teneur en *trans* élevée, il convient de tracer l'axe de référence à partir du point minimum, c'est-à-dire à 985 cm^{-1} . Il se peut, parfois, que ce minimum soit absent; dans ce cas, le point à partir duquel l'axe de référence est tracé doit être estimé.

10.2 Déterminer l'absorbance corrigée de l'axe de référence de la bande (A_C) en soustrayant l'absorbance de l'axe de référence au maximum du pic (A_B) de l'absorbance du pic à 966 cm^{-1} (A_P). La position mesurée du maximum de pic varie en fonction de l'instrument et du niveau *trans* de l'échantillon analysé. Il convient que la position du maximum soit établie séparément pour chaque instrument avec l'étalon 70 % *trans*. Il convient ensuite d'utiliser cette même position pour toutes les concentrations.

10.3 D'après la Figure 1:

$$A_C = (A_P - A_B)$$