

Deuxième édition
2006-04-15

Version corrigée
2006-08-01

**Corps gras d'origines animale et
végétale — Détermination des teneurs
en tocophérols et en tocotriénols par
chromatographie en phase liquide à
haute performance**

*Animal and vegetable fats and oils — Determination of tocopherol and
tocotrienol contents by high-performance liquid chromatography*
(standards.iteh.ai)

[ISO 9936:2006](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/df21bd77-11b6-4d99-bf94-45242f72dc97/iso-9936-2006)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/df21bd77-11b6-4d99-bf94-45242f72dc97/iso-9936-2006>



Numéro de référence
ISO 9936:2006(F)

© ISO 2006

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 9936:2006](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/df21bd77-11b6-4d99-bf94-45242f72dc97/iso-9936-2006)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/df21bd77-11b6-4d99-bf94-45242f72dc97/iso-9936-2006>

© ISO 2006

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

Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principe	1
5 Réactifs	2
6 Appareillage	2
7 Échantillonnage	3
8 Préparation de l'échantillon pour essai	3
9 Mode opératoire	4
9.1 Préparation des solutions d'étalonnage	4
9.2 Optimisation des paramètres de travail	5
9.3 Préparation de la solution d'essai	5
9.4 Détermination	5
10 Expression des résultats	6
11 Fidélité	7
11.1 Essai interlaboratoire	7
11.2 Répétabilité	7
11.3 Reproductibilité	7
12 Rapport d'essai	7
Annexe A (informative) Exemple de chromatogrammes	8
Annexe B (informative) Saponification	10
Annexe C (informative) Résultats des essais interlaboratoires	12
Bibliographie	17

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 9936 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits alimentaires*, sous-comité SC 11, *Corps gras d'origines animale et végétale*. (standards.iteh.ai)

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 9936:1997), dont elle constitue une révision technique.

La présente version corrigée incorpore les modifications suivantes:

Tableau C.2, page 14

« α -Tocophérol» a été remplacé par « α -Tocotriénol»;

« β -Tocophérol» a été remplacé par « β -Tocotriénol»;

Tableau C.2, page 15

« γ -Tocophérol» a été remplacé par « γ -Tocotriénol»;

« δ -Tocophérol» a été remplacé par « δ -Tocotriénol».

Corps gras d'origines animale et végétale — Détermination des teneurs en tocophérols et en tocotriénols par chromatographie en phase liquide à haute performance

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode pour la détermination des teneurs en α -, β -, γ - et δ -tocophérols et tocotriénols libres (appelés globalement tocots) des graisses et des huiles (appelés corps gras dans la suite du texte) d'origines animale et végétale, par chromatographie en phase liquide haute performance (CLHP).

Pour les produits contenant des esters de tocophérols ou de tocotriénols, il est nécessaire qu'ils subissent une saponification préalable.

NOTE Une méthode appropriée incluant un protocole de saponification à froid est décrite, pour information uniquement, dans l'Annexe B.

iTeh STANDARD PREVIEW

2 Références normatives (standards.iteh.ai)

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*

3 Termes et définitions

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

3.1

teneur en tocol

fraction massique des différents tocots, déterminée suivant la méthode spécifiée dans la présente Norme internationale

NOTE Cette teneur est exprimée en milligrammes par kilogramme, en nombre entier.

4 Principe

Une prise d'essai est dissoute dans du *n*-heptane et les différents tocots sont séparés par chromatographie en phase liquide à haute performance. La teneur de chaque tocol est calculée à l'aide de facteurs d'étalonnage déterminés à partir de solutions étalons.

5 Réactifs

Utiliser uniquement des réactifs de qualité CLHP ou équivalente.

5.1 Étalons α -, β -, γ - et δ -tocophérol et -tocotriénol.

Si l'on ne dispose pas d'étalons pour les tocophérols, il est possible d'utiliser un mélange d'huile de germe de blé et d'huile de soja pour identifier les α -, β -, γ - et δ -tocophérols.

Si l'on ne dispose pas d'étalons pour les tocotriénols, on peut utiliser de l'huile de palme pour identifier les α - et γ -tocotriénols. Les chromatogrammes obtenus peuvent aider à l'identification des pics sur les chromatogrammes des échantillons pour essai, auquel cas il convient d'utiliser les facteurs d'étalonnage correspondant aux différents tocophérols.

NOTE On peut se procurer les étalons α -, β -, γ - et δ -tocophérol et -tocotriénol auprès de la société Merck ¹⁾, α -tocophérol étant disponible auprès de différents fournisseurs. Une certaine variabilité de la pureté des étalons du commerce, qui peut aller de 85 % à 100 %, a été signalée dans plusieurs cas. Ceci confirme l'importance de la détermination, par spectrométrie UV, de la concentration des solutions d'étalonnages préparées (voir 9.1.1).

5.2 **Tétrahydrofurane**, filtré à travers un filtre en nylon pour CLHP (0,45 μ m).

5.3 ***n*-heptane**, filtré à travers un filtre en nylon pour CLHP (0,45 μ m).

5.4 **Phase mobile pour CLHP**: il convient d'utiliser tout mélange approprié de solvants (voir Tableau C.3), atteignant une résolution chromatographique des pics aussi bonne que celle présentée dans le Tableau 2 (temps de rétention relatifs des tocophérols et des tocotriénols) et dans l'Annexe A (chromatogrammes d'un mélange d'huiles végétales).

La préparation d'une phase mobile appropriée, solution à 3,85 % (fraction volumique) de tétrahydrofurane dans le *n*-heptane, est indiquée ici. À l'aide d'une éprouvette graduée de 1 000 ml (6.5), introduire 1 000 ml de *n*-heptane (5.3) dans un flacon de 2 litres. Ajouter deux fois 20 ml de tétrahydrofurane (5.2) à l'aide d'une pipette jaugée de 20 ml (6.6). Homogénéiser la phase mobile en la plaçant pendant 15 min dans un bain à ultrasons (6.8).

5.5 **Méthanol**.

6 Appareillage

Utiliser un matériel courant de laboratoire et, en particulier:

6.1 **Système CLHP**, comprenant une pompe haute-pression, un dispositif d'injection de l'échantillon, un chauffe-colonne réglé sur 25 °C (facultatif), un fluorimètre dont la longueur d'onde d'excitation est réglée sur 295 nm et la longueur d'onde d'émission sur 330 nm, et un intégrateur enregistreur.

Si l'on ne dispose pas d'un fluorimètre, il est admis, mais non recommandé, d'utiliser un détecteur UV. Si l'on utilise un détecteur à UV, il convient de régler sa longueur d'onde sur 292 nm.

1) Le mélange commercial de tocophérols Merck 613424 est disponible auprès de Calbiochem (www.calbiochem.com). Il se compose de flacons contenant chacun 50 mg de DL- α -tocophérol, D- β -tocophérol, D- γ -tocophérol et D- δ -tocophérol d'une pureté de 95 % par CLHP (pour chaque composant). Le mélange commercial de tocotriénols Merck 613432 est également disponible auprès de Calbiochem. Il se compose de flacons contenant chacun 50 mg de α -tocotriénol, β -tocotriénol, γ -tocotriénol et δ -tocotriénol d'une pureté de 95 % par CLHP (75 % pour le γ -tocotriénol).

Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente Norme internationale et ne signifie nullement que l'ISO l'approuve ou recommande l'emploi exclusif de ces produits

6.2 Colonne analytique pour CLHP, 2 types sont possibles:

- colonne de 250 mm × 4 mm, garnie de microparticules de **silice greffée par des groupements diols** d'un diamètre moyen de 5 µm environ, ou
- colonne de 250 mm × 4,6 mm, garnie de microparticules de **silice** d'un diamètre moyen de 5 µm environ.

NOTE 1 Le LiChrospher 100 Diol (diamètre de 5 µm) disponible dans le commerce convient pour le garnissage de la colonne de silice greffée par des groupements diols, le LiChrosob SI 60 et le Kromasil 100²⁾ également disponibles dans le commerce convenant pour le garnissage de la colonne de silice. Si l'on s'attend à la présence de β-tocotriénol dans l'échantillon, il convient de choisir la colonne de silice greffée par des groupements diols car le γ-tocophérol et le β-tocotriénol sont coélués en cas d'utilisation de la colonne de silice.

NOTE 2 On peut adapter la longueur et le diamètre de la colonne en fonction de la technique CLHP employée.

6.3 Spectromètre UV, permettant le mesurage absolu de l'absorbance à des longueurs d'onde définies avec précision, avec une cellule de 10 mm de longueur de trajet.

6.4 Évaporateur rotatif.

6.5 Éprouvette graduée, d'une capacité de 1 000 ml.

6.6 Pipettes jaugées, d'une capacité de 5 ml, 10 ml et 20 ml.

6.7 Fioles jaugées, d'une capacité de 50 ml et 25 ml.

6.8 Bain à ultrasons.

iTech STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

7 Échantillonnage

ISO 9936:2006

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/df21bd77-11b6-4d99-bf94-82421f20097880-2006>

Il convient d'envoyer un échantillon représentatif au laboratoire. Il est important que l'échantillon n'ait pas été endommagé ou modifié lors du transport ou de l'entreposage.

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.

8 Préparation de l'échantillon pour essai

Dans le cas d'échantillons pour laboratoire liquides, préparer l'échantillon pour essai par homogénéisation, comme décrit dans l'ISO 661, en omettant toutefois la filtration.

Dans le cas d'échantillons solides, placer une portion représentative (c'est-à-dire au moins égale à 10 % en masse de l'échantillon pour laboratoire) dans un bécher en verre et homogénéiser soigneusement en laissant fondre dans un bain d'eau réglé à une température de 40 °C maximum, tout en mélangeant doucement.

Dans la mesure du possible, il convient de préparer les échantillons pour essai en lumière atténuée mais, en aucun cas, à la lumière directe du soleil.

2) Ces types de colonnes sont des exemples de produits appropriés disponibles dans le commerce.

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 ces produits.

9 Mode opératoire

IMPORTANT — D'une manière générale, l'oxydation des tocots au cours de l'analyse peut conduire à l'obtention de résultats anormalement faibles. L'oxydation par l'oxygène étant accélérée par la présence de substances basiques, la chaleur ou l'exposition à la lumière, il convient de prendre les mesures nécessaires pour empêcher l'action de ces facteurs.

9.1 Préparation des solutions d'étalonnage

9.1.1 Solutions étalons mères

Préparer une solution étalon mère de chacun des tocots: pour ce faire, peser 10 mg ± 1 mg de l'étalon (5.1) et les placer dans une fiole jaugée de 50 ml, puis compléter jusqu'au trait avec du *n*-heptane (5.3).

Transférer à la pipette 5 ml de cette solution dans un ballon à fond rond en verre ambré et éliminer totalement le *n*-heptane dans un évaporateur rotatif (6.4), sous vide et à une température inférieure ou égale à 40 °C. Rétablir la pression atmosphérique avec de l'azote et sortir le ballon de l'évaporateur dès élimination complète du solvant. Introduire à la pipette 10 ml de méthanol (5.5) dans le ballon et remuer pour dissoudre le résidu. Mesurer l'absorbance maximum de cette solution à une longueur comprise entre 270 nm et 310 nm (voir la longueur d'onde appropriée dans le Tableau 1) à l'aide du spectromètre UV (6.3) avec une cellule de 10 mm de longueur de trajet. Il convient que l'absorbance mesurée se situe entre 0,2 et 0,8. Calculer la concentration (en microgrammes par millilitre) en divisant la valeur de l'absorbance par le facteur approprié donné dans le Tableau 1.

Tableau 1 — Facteurs de division

Longueur d'onde nm	Tocophérol	Facteur de division
292	α-tocophérol	0,007 6
296	β-tocophérol	0,008 9
298	γ-tocophérol	0,009 1
298	δ-tocophérol	0,008 7

NOTE Les facteurs indiqués sont calculés à partir de la valeur *E* (1 %/1 cm) des tocophérols. La valeur *E* (1 %/1 cm) de l'α-tocophérol, par exemple, est égale à 76 nm à 292 nm (dans le méthanol); une solution à 1 µg/ml d'α-tocophérol aura donc une absorbance de 0,007 6 nm à 292 nm.

9.1.2 Solution étalon

Il convient de préparer une solution étalon appropriée, en fonction de la sensibilité du fluorimètre utilisé.

La préparation suivante d'une solution de travail est donnée à titre d'exemple: mélanger des volumes appropriés, par exemple 1 ml, des solutions étalons mères (9.1.1) pour obtenir une solution étalon contenant un mélange de tocots, et diluer avec du *n*-heptane de façon à obtenir une solution contenant entre 1 µg et 5 µg de chaque étalon par millilitre.

Il faut préparer chaque jour une nouvelle solution étalon.

Protéger toutes les solutions de la lumière et les stocker à une température comprise entre 0 °C et 4 °C.

Les solutions étalons mères se conservent convenablement pendant 1 semaine si elles sont réfrigérées et stockées dans des fioles en verre ambré. Les fioles peuvent être enveloppées dans des feuilles d'aluminium.

NOTE Si l'on utilise un détecteur UV, il peut être nécessaire de travailler avec des solutions plus concentrées.

9.2 Optimisation des paramètres de travail

9.2.1 Si la colonne (6.2) est neuve ou son historique inconnu, ou s'il est nécessaire de la conditionner pour une autre raison, il est alors possible de la laver et de la conditionner pendant environ 10 min au méthanol, puis au dichlorométhane, puis au *n*-heptane sous débit de 1 ml/min environ.

Utiliser la pompe pour faire circuler la phase mobile pour CLHP (5.4) dans la colonne à un débit de 1 ml/min, pendant au moins 30 min.

AVERTISSEMENT — Le méthanol et le dichlorométhane sont des produits dangereux pour l'homme et l'environnement. Les manipuler avec précaution.

9.2.2 Injecter, dans la colonne, environ 10 µl ou 20 µl (selon la sensibilité du détecteur) de la solution étalon (9.1.2) et, si nécessaire, ajuster la teneur en tétrahydrofurane de la phase mobile et le débit pour que les conditions suivantes soient réalisées:

- temps de rétention de l' α -tocophérol compris entre 8 min et 12 min;
- facteur de résolution RF égal ou supérieur à 1,0 pour la séparation des β - et γ -tocophérols, c'est-à-dire séparation des pics presque au niveau de la ligne de base, RF étant calculé selon la formule suivante:

$$RF = \frac{d_r(I) - d_r(II)}{0,5 \cdot [b(I) + b(II)]}$$

où

$d_r(I)$ est la distance de rétention du γ -tocophérol,

$d_r(II)$ est la distance de rétention du β -tocophérol;

$b(I)$ est la largeur à la base du pic du γ -tocophérol;

$b(II)$ est la largeur à la base du pic du β -tocophérol.

9.2.3 Régler les systèmes de détection et d'intégration à leur valeur optimale. Injecter environ 10 µl ou 20 µl de la solution étalon (9.1.2). Répéter l'injection et vérifier la reproductibilité des chromatogrammes obtenus.

9.3 Préparation de la solution d'essai

Selon la concentration en tocots (9.1.2), peser, à 1 mg près, 0,25 g \pm 0,1 g de l'échantillon pour essai (Article 8) et les placer dans une fiole jaugée à un trait de 25 ml. Ajouter une certaine quantité de *n*-heptane (5.3), remuer pour dissoudre le résidu, puis compléter jusqu'au trait avec le même solvant. Si la solution n'est pas claire, la filtrer à l'aide du filtre en nylon pour CLHP de 0,45 µm.

Il est important d'éviter toute exposition à la lumière des solutions d'essai avant l'analyse, qui doit être effectuée le jour même de la préparation.

NOTE Il peut s'avérer nécessaire de préparer une solution plus concentrée ou de procéder à une nouvelle dilution avant l'analyse chromatographique.

9.4 Détermination

9.4.1 Injecter, dans la colonne, 10 µl ou 20 µl (selon la sensibilité du détecteur) de la solution étalon (9.1.2) et noter la surface des pics.

9.4.2 Injecter, dans la colonne, 10 µl ou 20 µl (selon la sensibilité du détecteur) de la solution d'essai (9.3) et identifier les tocots présents par comparaison avec les chromatogrammes d'étalonnage. Noter la surface

des pics. Procéder à une nouvelle injection de solution d'essai et à un nouveau mesurage. Prendre pour résultat de la détermination la moyenne des deux valeurs obtenues.

Injecter à nouveau 10 µl ou 20 µl (selon la sensibilité du détecteur) de la solution étalon (9.1.2) et noter la surface des pics.

Les temps de rétention relatifs caractéristiques des différents tocots sont donnés dans le Tableau 2.

Tableau 2 — Temps de rétention relatifs des tocophérols et des trocotriénols

Colonne de silice (α-tocophérol comme substance de référence)		Colonne de silice greffée par des groupements diols (α-tocophérol comme substance de référence)	
α-tocophérol = 1,00	α-tocotriénol = 1,19	α-tocophérol = 1,00	α-tocotriénol = 1,24
β-tocophérol = 1,34	β-tocotriénol = 1,63	β-tocophérol = 1,59	β-tocotriénol = 2,03
γ-tocophérol = 1,63	γ-tocotriénol = 2,00	γ-tocophérol = 1,74	γ-tocotriénol = 2,22
δ-tocophérol = 2,24	δ-tocotriénol = 2,79	δ-tocophérol = 2,46	δ-tocotriénol = 3,19

10 Expression des résultats

La teneur de l'échantillon en α-tocophérol, w , exprimée en milligrammes par kilogramme (mg/kg), est donnée par l'équation:

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

$$w = \frac{\rho \times \bar{A}_t \times V}{\bar{A}_s \times m}$$

[ISO 9936:2006](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/df21bd77-11b6-4d99-bf94-45242f72dc97/iso-9936-2006)

où

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/df21bd77-11b6-4d99-bf94-45242f72dc97/iso-9936-2006>

- ρ est la concentration, en microgrammes par millilitre, de α-tocophérol dans la solution étalon (9.1.2);
- \bar{A}_s est la moyenne des surfaces de pics obtenues avec l'étalon d'α-tocophérol;
- \bar{A}_t est la moyenne des surfaces de pics obtenues pour l'α-tocophérol avec l'échantillon pour essai;
- m est la masse, en grammes, de l'échantillon pour essai (9.3);
- V est le volume de la solution d'essai préparée (= 25 ml).

Effectuer le même calcul pour les autres tocots de l'échantillon pour essai en utilisant les données obtenues à partir des étalons correspondants.

Si l'on dispose uniquement d'un étalon α-tocophérol, calculer toutes les teneurs en tocophérols par référence à cet étalon. Ceci doit toutefois apparaître clairement dans le rapport d'essai. Si l'on utilise un détecteur UV, prendre également pour référence l'étalon d'α-tocophérol pour l'ensemble des tocophérols, mais normaliser les surfaces des pics par rapport à l'α-tocophérol en divisant les valeurs obtenues par les facteurs donnés en 9.1.1.

NOTE L'intensité de fluorescence des tocotriénols est la même que celle des tocophérols correspondants et les absorbances en UV sont identiques.

La teneur est exprimée en milligrammes par kilogramme, en nombre entier.

11 Fidélité

11.1 Essai interlaboratoires

Les détails d'un essai interlaboratoires relatif à la fidélité de la méthode sont résumés dans l'Annexe C. Les valeurs provenant de l'essai interlaboratoires peuvent ne pas être applicables à des plages de concentrations ou à des matrices autres que celles données.

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 par le même opérateur utilisant le même appareillage et dans un court intervalle de temps, ne dépassera pas, dans plus de 5 % des cas, la valeur de r donnée dans le Tableau 3.

11.3 Reproductibilité

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 des laboratoires différents, par des opérateurs différents utilisant des appareillages différents, n'excédera la valeur de R donnée dans le Tableau 3 que dans 5 % des cas au plus.

Tableau 3 — Limite de répétabilité (r) et limite de reproductibilité (R)

Teneur en tocol mg/kg	Plage de concentration mg/kg	r mg/kg	R mg/kg
T_1 = valeur moyenne de la teneur des différents tocophérols	de 0 à 2 220	$r = 0,082\ 5\ T_1$	$R = 0,209\ 4\ T_1$
T_2 = valeur moyenne de la teneur des différents tocotriénols	de 10 à 210	$r = 0,090\ 0\ T_2$	$R = 0,255\ 2\ T_2$
T_3 = valeur moyenne de la teneur totale (tocophérols + tocotriénols)	de 200 à 3 250	$r = 0,071\ 8\ T_3$	$R = 0,255\ 7\ T_3$

12 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit indiquer:

- tous les renseignements nécessaires à l'identification complète de l'échantillon;
- la méthode d'échantillonnage utilisée, si elle est connue;
- la méthode d'essai utilisée, avec la référence à la présente Norme internationale;
- tous les détails opératoires non prévus dans la présente Norme internationale ou considérés comme facultatifs, ainsi que les détails sur les incidents éventuels susceptibles d'avoir eu une incidence sur le ou les résultats d'essai;
- le ou les résultats d'essai obtenus;
- si la répétabilité a été vérifiée, le résultat final cité qui a été obtenu.