
**Corps gras d'origines animale et
végétale — Détermination de la teneur en
corps gras solides par RMN pulsée —**

**Partie 1:
Méthode directe**

iTeh STANDARD PREVIEW
*Animal and vegetable fats and oils — Determination of solid fat content
by pulsed NMR —
Part 1. Direct method*
(standards.iteh.ai)

ISO 8292-1:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/258dbec-1314-4bf9-b3b7-d7d3b0c829c3/iso-8292-1-2008>



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 8292-1:2008](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/258dbeee-1314-4bf9-b3b7-d7d3b0c829c3/iso-8292-1-2008)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/258dbeee-1314-4bf9-b3b7-d7d3b0c829c3/iso-8292-1-2008>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2008

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 Symboles et abréviations	2
5 Principe	3
6 Appareillage	3
6.1 Spectromètre de résonance magnétique nucléaire (RMN) pulsé, basse résolution	3
6.2 Tubes	4
6.3 Matériel de régulation de température	4
6.4 Four, avec ventilateur	5
6.5 Minuteur de laboratoire	5
7 Échantillonnage	5
8 Mode opératoire	5
8.1 Protocole de mesurage	5
8.2 Four, bains d'eau et blocs régulés en température	7
8.3 Détermination du facteur de conversion (si nécessaire)	7
8.4 Spectromètre RMN	8
8.5 Remplissage des tubes de mesurage	8
8.6 Élimination de l'historique thermique	8
8.7 Équilibrage à la température initiale	9
8.8 Cristallisation et tempérag	9
8.9 Mesurage de SFC	9
8.10 Nombre de déterminations	10
8.11 Nettoyage des tubes de mesurage	10
9 Expression des résultats	10
10 Fidélité	11
10.1 Essais interlaboratoires	11
10.2 Répétabilité	11
10.3 Reproductibilité	11
11 Rapport d'essai	12
Annexe A (informative) Résultats d'essais interlaboratoires	13
Annexe B (informative) Théorie de la méthode directe	24
Annexe C (informative) Protocoles de mesurage supplémentaires	26
Bibliographie	28

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 8292-1 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)

La présente partie de l'ISO 8292, conjointement avec l'ISO 8292-2, annule et remplace l'ISO 8292:1991.

L'ISO 8292 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Corps gras d'origines animale et végétale — Détermination de la teneur en corps gras solides par RMN pulsée*:

- *Partie 1: Méthode directe*
- *Partie 2: Méthode indirecte*

Corps gras d'origines animale et végétale — Détermination de la teneur en corps gras solides par RMN pulsée —

Partie 1: Méthode directe

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 8292 spécifie une méthode directe pour la détermination de la teneur en corps gras solides dans des corps gras d'origine animale et végétale (appelés ci-après «corps gras») en utilisant un spectromètre de résonance magnétique nucléaire (RMN) pulsée à basse résolution.

Deux prétraitements thermiques possibles sont spécifiés: l'un pour les corps gras à usage général ne présentant pas de polymorphisme prononcé et qui se stabilisent principalement sous la forme polymorphe β' , et l'autre pour des corps gras similaires au beurre de cacao qui présentent un polymorphisme prononcé et qui se stabilisent sous la forme polymorphe β . Des prétraitements thermiques supplémentaires, qui peuvent être plus adaptés pour des applications spécifiques, sont indiqués dans une annexe informative.

La méthode directe est facile à conduire et est reproductible, mais n'est pas aussi précise que la méthode indirecte en raison de la méthode de calcul approximative.

NOTE Une méthode indirecte est spécifiée dans l'ISO 8292-2.

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 8292-2, *Corps gras d'origines animale et végétale — Détermination de la teneur en corps gras solides par RMN pulsée — Partie 2: Méthode indirecte*

3 Termes et définitions

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

3.1

teneur en corps gras solides SFC

rapport en pourcentage du nombre de protons dans la phase solide par rapport au nombre de protons dans les phases solide et liquide à une température spécifiée

NOTE La SFC exprimée sur la base de cette définition est supposée être numériquement équivalente à la fraction massique exprimée en pourcentage de corps gras à l'état solide. Aucune correction n'est effectuée pour les différentes densités de proton dans les phases solide et liquide, parce que cela nécessiterait une connaissance exacte de la

composition des phases solide et liquide des mélanges de corps gras à chaque température. Indépendamment de toute autre erreur systématique, ceci signifie que, normalement, les valeurs de SFC obtenues par cette méthode sont légèrement plus élevées (environ 0,5 % à 1,0 %) que la fraction massique en pourcentage réel de corps gras solides.

3.2
teneur en corps gras liquides

fraction massique en pourcentage de corps gras à l'état liquide à une température spécifiée

NOTE La teneur en corps gras liquides est égale à $(100 - w_{SFC})$, où w_{SFC} est la teneur en corps gras solides.

3.3
tempéragé

traitement thermique des corps gras, après cristallisation et avant équilibrage à la température de mesurage, qui consiste à maintenir le corps gras à une température spécifiée pendant un temps spécifié pour transformer la graisse en une forme polymorphe souhaitée, et/ou assurer qu'un équilibre de phase souhaité a été atteint et/ou assurer que la cristallisation est complète

3.4
température de mesurage

température à laquelle la teneur en corps gras solides est déterminée

3.5
temps de répétition

intervalle entre des impulsions successives

3.6
temps mort

temps durant lequel l'instrument récepteur est incapable d'enregistrer le signal de décroissance

NOTE Le temps mort est généralement inférieur à 10 μ s après l'impulsion.

3.7
protocole de mesurage

description complète du mesurage de la teneur en corps gras solides spécifiant l'application, les paramètres instrumentaux, la méthode, le tempéragé et si les mesurages ont été effectués en série ou en parallèle

NOTE Les protocoles de mesurage figurent dans le Tableau 1 et à l'Annexe C.

4 Symboles et termes abrégés

- f facteur de correction (extrapolation) pour corriger le signal RMN observé à 11 μ s en signal qui serait observé au temps zéro
- n_p nombre d'impulsions
- S_1 signal de décroissance de magnétisation mesuré à environ 11 μ s
- S_2 signal de décroissance de magnétisation mesuré à environ 70 μ s
- SFC teneur en corps gras solides
- S_L signal de décroissance de magnétisation correspondant à la phase liquide
- S_S signal de décroissance de magnétisation correspondant à la phase solide
- S_{S+L} signaux de décroissance de magnétisation correspondant aux phases liquide et solide
- t_{rep} temps de répétition
- $w_{SFC,i}$ SFC «vraie» (mesurée selon l'ISO 8292-2)
- $w_{SFC,T}$ SFC à la température de mesurage, T

5 Principe

L'échantillon est tempéré dans un état stable à une température spécifique et ensuite chauffé et stabilisé à la température de mesure. Sauf indication contraire, les températures de mesure doivent être l'une quelconque ou toutes parmi: 0 °C; 5 °C; 10 °C; 15 °C; 20 °C; 25 °C; 27,5 °C; 30 °C; 32,5 °C; 35 °C; 37,5 °C; 40 °C; 45 °C; 50 °C; 55 °C; 60 °C.

Après équilibrage électromagnétique dans le champ magnétique statique du spectromètre RMN et l'application d'une impulsion de radiofréquence à 90°, les signaux de décroissance de magnétisation des protons dans les phases solide et liquide sont mesurés en mesurant les signaux à environ 11 µs et environ 70 µs respectivement (ou à des temps recommandés par le fabricant du spectromètre, voir 6.1). La SFC est alors calculée.

Les mesurages peuvent être faits en série ou en parallèle.

Un tube de mesure est rempli pour chaque échantillon pour essai en faisant les mesurages en série. Après tempéragement comme requis et maintien à 0 °C, le tube de mesure est amené à la première température de mesure, maintenu à cette température pendant le temps spécifié, la SFC est mesurée, et ensuite amené à la deuxième température de mesure, etc. Par conséquent, un seul tube est requis pour chaque échantillon pour essai, indépendamment du nombre de températures de mesure utilisées. Cependant, la SFC enregistrée à une température de mesure donnée dépend des températures et des temps de mesure précédents.

Lorsque les mesurages sont faits en parallèle, autant de tubes de mesure sont remplis pour chaque échantillon pour essai qu'il y a de températures de mesure requises. Après tempéragement comme requis et maintien à 0 °C, chaque tube de mesure est amené plus ou moins simultanément à chaque température de mesure requise et maintenu pendant le temps spécifié avant de mesurer la SFC.

Bien que plus de tubes soient requis avec un mesurage en parallèle par rapport à un mesurage en série, chaque détermination de $w_{SFC,T}$ est indépendante des autres déterminations. De plus, la durée totale des mesures est significativement raccourcie.

EXEMPLE Pour un temps de maintien de 90 min à 0 °C et des temps de maintien de 60 min aux températures de mesure de 10 °C, 20 °C, 30 °C et 40 °C, le mesurage en série prendrait 5,5 h, tandis que le mesurage en parallèle prendrait 2,5 h.

6 Appareillage

6.1 Spectromètre de résonance magnétique nucléaire (RMN) pulsé, basse résolution

Le spectromètre RMN doit avoir:

- un aimant ayant un champ suffisamment uniforme pour assurer que la demi-vie de la magnétisation d'un échantillon de référence de corps gras liquides est supérieure à 1 000 µs;
- un temps mort de mesure plus la largeur d'impulsion inférieur à 10 µs;
- un dispositif de mesure automatique qui est actionné dès que les tubes de mesure (6.2.1) sont insérés;
- un temps de répétition de mesure réglable;
- une cellule/sonde de mesure de 10 mm pour les tubes d'échantillon qui est régulée en température à 40 °C.

Se référer aux instructions du fabricant du spectromètre pour les temps exacts de décroissance de magnétisation; ils sont normalement d'environ 11 µs et d'environ 70 µs et il convient qu'ils ne soient pas modifiés par l'utilisateur.

De préférence, il convient que les instruments soient équipés d'un ordinateur qui acquiert automatiquement les mesures requises, effectue les calculs requis et présente les résultats directement sur l'écran d'ordinateur ou un autre affichage.

6.2 Tubes

6.2.1 Tubes de mesurage, en verre avec des bouchons en plastique, avec un diamètre externe de $(10 \pm 0,25)$ mm, une épaisseur de paroi de $(0,9 \pm 0,25)$ mm, et une longueur d'au moins 150 mm, ou comme spécifié par le fabricant du spectromètre RMN.

6.2.2 Tubes d'étalonnage, de réponse instrumentale connue pour étalonner le spectromètre et pour contrôler la méthode directe.

NOTE Des matériaux d'étalonnage de matière plastique dans l'huile ayant des réponses connues, donnant un facteur f dans la plage de 1,4 à 1,45 appropriée pour l'instrument et pour utilisation avec la méthode directe sans stabilisation et d'autres protocoles (voir le Tableau 1 et l'Annexe C) sont fournis par le fabricant d'instrument dans des tubes de mesurage étalons. Des matériaux donnant des valeurs de SFC de fraction massique 0 %, environ 30 % et environ 70 % sont adaptés. Ces valeurs sont indépendantes de la température. Les tubes d'étalonnage nécessitent un réétalonnage à des intervalles comme spécifiés par le fournisseur.¹⁾

6.3 Matériel de régulation de température

6.3.1 Généralités

En principe, les blocs régulés en température (6.3.3) présentent des avantages par rapport aux bains d'eau (6.3.1) parce que les tubes n'entrent jamais en contact avec l'eau. Dans la pratique, comme avec des blocs d'aluminium dans des bains d'eau, les tubes peuvent nécessiter un temps significatif pour arriver à la température de consigne. Le transfert thermique peut être amélioré si les puits de tube sont purgés avec un gaz sec. Les blocs sont en outre plus difficiles à réguler précisément que les bains d'eau, bien que des commandes électriques modernes puissent produire la fidélité requise.

6.3.2 Bains d'eau

Des bains sont requis aux températures de $(0 \pm 0,1)$ °C, $(60 \pm 0,1)$ °C et, à $\pm 0,1$ °C près, aux températures de mesurage et de tempéragé requises conformément au protocole de mesurage choisi. Pour les températures de 60 °C et de mesurage et tempéragé, des blocs régulés en température (6.3.3) peuvent être utilisés en remplacement.

Chaque bain d'eau doit être équipé soit d'un bloc d'aluminium (6.3.2.1), soit d'un portoir métallique (6.3.2.2) utilisé pour soutenir les tubes de mesurage (6.2.1) immergés dans l'eau à une profondeur de 60 mm.

Des portoirs métalliques sont préférables à des blocs d'aluminium, en particulier lorsqu'un grand nombre d'échantillons pour essai avec une teneur élevée en corps gras solides sont mesurés ou lorsque les protocoles de mesurage rapide ou très rapide sont utilisés. Lors de l'utilisation de blocs d'aluminium, un laps de temps significatif peut s'écouler après l'insertion du tube avant que les corps gras dans le tube atteignent la température de consigne du bain d'eau. L'avantage perçu des blocs est que les tubes peuvent rester secs et ne requièrent pas d'être essuyés pour les sécher avec une serviette en papier avant insertion dans le spectromètre. Dans la pratique, cependant, il est généralement observé qu'en raison des éclaboussures ou de la condensation, les tubes sont mouillés de sorte qu'un séchage est toujours recommandé, voir 8.9.

6.3.2.1 Blocs d'aluminium, avec des trous de diamètre $(10,35 \pm 0,1)$ mm et de profondeur de 70 mm. L'épaisseur du métal sous les trous et la distance entre le bord d'un trou périphérique et la face latérale la plus proche doit être de 10 mm. La distance entre les axes de deux trous adjacents doit être d'au moins 17 mm (centre à centre).

1) Il est prévu que dans le futur des étalons certifiés et indépendants seront disponibles provenant de l'Institute for Reference Materials and Measurements de l'UE, Geel, Belgique. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente partie de l'ISO 8292 et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif des produits ainsi désignés.

6.3.2.2 Portoirs métalliques, à ouverture latérale avec des trous de diamètre de 11 mm à 15 mm; la distance entre les axes de deux trous adjacents doit être d'au moins 20 mm (centre à centre).

6.3.3 Blocs régulés en température, avec des trous

Les blocs doivent avoir une précision de température de $\pm 0,1$ °C, avec commande électronique. Ces blocs peuvent être utilisés à la place des bains d'eau [à l'exception du bain à 0 °C (6.3.2) en raison de la grande quantité de refroidissement requise]. Le diamètre des trous doit être de $(10,35 \pm 0,1)$ mm.

Des blocs sont particulièrement utiles à des températures de 35 °C ou plus lorsque aucun refroidissement n'est requis (en supposant que la température ambiante est inférieure à 22 °C) et lorsque la régulation de température est moins critique en raison de taux de corps gras solides absolus généralement plus faibles.

6.4 Four, avec ventilateur

Le four doit pouvoir être maintenu à (80 ± 2) °C.

Étant donné que la fonction de la température du four (80 °C) est de faire fondre la prise d'essai et de détruire son historique thermique antérieur, elle doit être au moins 20 °C au-dessus de la température de fusion des corps gras. Si ce n'est pas le cas, la température du four doit être augmentée de manière appropriée et cette donnée enregistrée dans le rapport d'essai (Article 11). Cela est rarement nécessaire et uniquement pour des corps gras contenant de grandes quantités d'acides gras saturés à chaîne longue, par exemple des huiles végétales liquides totalement hydrogénées.

Bien qu'un bain d'eau (6.3.2) ou un bloc régulé en température (6.3.3) puisse être utilisé pour la température de 80 °C, il est préférable d'utiliser un four. Lors du remplissage des tubes, il est pratiquement inévitable que les corps gras soient en contact avec les côtés au-dessus de la température d'immersion dans un bloc ou un bain. Un four assure que tous les corps gras dans le tube sont complètement fondus et qu'il n'y a pas de germes cristallins résiduels avec un historique thermique inconnu qui pourraient ensemencher les corps gras fondus lorsqu'ils sont finalement amenés à la température de cristallisation de 0 °C. Par conséquent, un four est susceptible de donner des résultats plus fiables et reproductibles.

6.5 Minuteur de laboratoire

Une horloge analogique avec une grande trotteuse, de préférence, bien que l'on puisse utiliser une horloge numérique.

7 Échantillonnage

Un échantillon représentatif doit avoir été envoyé au laboratoire. Il ne doit pas avoir été endommagé ou modifié durant le transport ou la conservation.

L'échantillonnage ne fait pas partie de la méthode spécifiée dans la présente partie de l'ISO 8292. Une méthode d'échantillonnage recommandée est décrite dans l'ISO 5555.

8 Mode opératoire

8.1 Protocole de mesurage et échantillon pour essai

Choisir le protocole requis dans le Tableau 1 en fonction du type d'échantillon et d'autres exigences. Pour certains types d'applications de corps gras, les protocoles présentés dans le Tableau 1 ne sont pas appropriés. Les protocoles de mesurage présentés dans l'Annexe C peuvent être plus adaptés.

Préparer l'échantillon pour essai suivant l'ISO 661.

Tableau 1 — Protocoles de mesurage

Protocole de mesurage		Applicable à	Paramètres instrumentaux ^a	Première fois à 0 °C		Température		Seconde fois à 0 °C		Conditions de mesurage	
N°	Nom			Temps h	Temp. °C	Temps min	Type	Temps min			
1D	Pas de stabilisation Direct	Corps gras et mélanges (comprenant principalement des corps gras végétaux, hydrogénés et/ou interstérifiés) cristallisant sous la forme polymorphe β ¹ et utilisés pour des margarines, des pâtes à tartiner, des «shortening» et d'autres applications alimentaires générales.	$f = 1,4$ à $1,45$; temps de répétition ^b , $t_{rep} = 2$ s, nombre d'impulsions ^b , $n_p = 3$	—	—	(60 ± 2)	Parallèle	(30 ± 1)			
2D	Stabilisation β Direct	Beurre de cacao, équivalents de beurre de cacao et graisses similaires contenant de grandes quantités de triacylgcérols 2-oléo-di-saturés et cristallisant sous forme polymorphe β.	$f = 1,6$ à $1,65$; temps de répétition ^b , $t_{rep} = 6$ s, nombre d'impulsions ^c , $n_p = 1$	(40 ± 0,5)	26	(90 ± 2)	Parallèle	(60 ± 2)			

^a Doit être de 6 s pour les corps gras sous forme polymorphe β.

^b Les données collectées à partir de chaque impulsion sont moyennées par l'instrument. De préférence, trois impulsions sont utilisées, mais des instruments plus anciens peuvent être réglés seulement à une ou quatre (1² ou 2²) impulsions, auquel cas utiliser quatre impulsions.

^c L'utilisation de trois impulsions résulterait en un temps suffisant dans la cellule de mesure pour que la prise d'essai fonde partiellement et la SFC diminue durant la mesure.

8.2 Four, bains d'eau et blocs régulés en température

Configurer ce matériel pour les températures requises comme spécifié dans le protocole.

8.3 Détermination du facteur de conversion (si nécessaire)

En raison du temps mort de l'instrument, le premier mesurage peut être effectué uniquement après que le signal de la phase solide ait significativement diminué. Un facteur de conversion est donc utilisé à cet effet.

Bien que les tubes d'étalonnage contenant des étalons de plastique dans l'huile donnent un facteur de conversion reproductible, mais seulement approximativement correct, pour les corps gras d'usage général de forme polymorphe β' , et moyenné sur la plage de température souhaitée, ils ne donnent pas le facteur correct pour les corps gras de forme polymorphe β tels que le beurre de cacao. Pour ces corps gras, et pour des corps gras ou mélanges de corps gras quelconques pour lesquels le polymorphisme est inconnu, afin d'éviter des erreurs systématiques significatives, il est souhaitable de déterminer une meilleure estimation du facteur de conversion.

Pour les corps gras ou les mélanges de corps gras concernés, configurer pour déterminer la SFC conformément à l'ISO 8292-2, c'est-à-dire mesurer un témoin d'huile liquide, ainsi que par la méthode de la présente partie de l'ISO 8292. Enregistrer la SFC tel que déterminée dans la présente partie de l'ISO 8292, mais enregistrer également S_1 et S_2 pour cette mesure. (Consulter le manuel de l'instrument pour obtenir le mode opératoire approprié.)

Pour chaque échantillon pour essai, calculer la «vraie» SFC, $w_{\text{SFC},i}$, en utilisant l'ISO 8292-2.

Pour chaque prise d'essai, déterminer le facteur d'extrapolation, f , requis pour égaliser les déterminations de SFC indirecte et directe. Il est donné par l'Équation (1):

$$f = \frac{w_{\text{SFC},i} \times S_2}{(100 - w_{\text{SFC},i}) \times (S_1 - S_2)} \quad \text{ISO 8292-1:2008} \quad (1)$$

où

$w_{\text{SFC},i}$ est la «vraie» SFC;

S_1 est le signal de décroissance de magnétisation mesuré à environ 11 μs ;

S_2 est le signal de décroissance de magnétisation mesuré à environ 70 μs .

Les facteurs calculés varient en fonction du mélange/échantillon et de la température. Cela est normal, en particulier la variation selon la température, ce que la méthode directe ignore. Déterminer une moyenne qui donne les meilleurs résultats. Il est suggéré que les résultats dans la plage de 20 °C à 30 °C soient moyennés, étant donné que c'est dans cette plage où les solides sont susceptibles d'être le plus proches de la fraction massique de 50 %, que la différence de facteur a le plus d'effet. Pour le beurre de cacao et des corps gras similaires qui cristallisent sous une forme polymorphe β , le facteur est dans la plage de 1,6 à 1,7.

Compte tenu de l'impossibilité de savoir quel devrait être le facteur pour de nombreux mélanges de corps gras polymorphes β tels que le beurre de cacao, avec des corps gras polymorphes β' , tels que les matières grasses de lait ou des fractions de palme, il est recommandé d'utiliser l'ISO 8292-2 pour tous ces mélanges pour déterminer la teneur réelle en corps gras solides.

Si les résultats sont mesurés en utilisant un facteur incorrect, ceux-ci peuvent aisément être recalculés en utilisant l'Équation (2):

$$w_{\text{SFC}}^{\text{corr}} = \frac{w_{\text{SFC}}^{\text{err}} f^{\text{corr}}}{f^{\text{err}} (100 - w_{\text{SFC}}^{\text{err}}) + w_{\text{SFC}}^{\text{err}} f^{\text{corr}}} \times 100 \quad (2)$$

où les exposants «err» et «corr» désignent respectivement les valeurs erronées et corrigées. Par exemple, si la valeur $w_{SFC,30}$ d'un échantillon pour essai de beurre de cacao est mesurée à 49,0 % (fraction massique) en utilisant $f = 1,41$ (c'est-à-dire $w_{SFC}^{err} = 49,0$) mais qu'il est connu que la valeur correcte pour l'instrument est $f = 1,64$, alors l'Équation (2) donne $w_{SFC}^{corr} = 52,8$ %.

Une variation de f entre des instruments à différents sites est inévitable, parce que f dépend partiellement de l'instrument. Par conséquent, durant l'établissement de contrats commerciaux, il est nécessaire d'échanger des échantillons de référence pour convenir de la teneur en matières solides et du facteur f approprié à utiliser. Par exemple, pour le protocole de mesurage 2D, il serait approprié d'échanger un échantillon étalon de beurre de cacao de référence pour déterminer le facteur f correct.

8.4 Spectromètre RMN

8.4.1 Étalonnage

En utilisant les tubes d'étalonnage (6.2.2), étalonner le spectromètre conformément aux instructions du fabricant et aux intervalles recommandés par le fabricant.

8.4.2 Conditions opératoires

Configurer les conditions du spectromètre conformément au protocole de mesurage choisi en 8.1.

8.4.3 Contrôle

Quotidiennement, ou avant chaque détermination par la méthode directe, contrôler le spectromètre comme suit:

- insérer chacun des trois tubes d'étalonnage (6.2.2) dans le spectromètre successivement et enregistrer la SFC;
- répéter les mesurages;
- la SFC mesurée de chaque tube ne doit pas s'écarter de plus de 0,3 % absolu de la valeur d'étalonnage connue.

Si une SFC s'écarte trop, f doit être modifié et le contrôle répété jusqu'à ce que les trois tubes d'étalonnage ne s'écartent pas de plus de 0,3 %. En variante, il peut être nécessaire d'étalonner à nouveau le spectromètre (voir 8.4.1).

8.5 Remplissage des tubes de mesurage

Remplir les tubes avec approximativement 2 ml de corps gras ou à une profondeur entre environ 30 mm et 50 mm ou comme spécifié par le fabricant d'instrument. Boucher les tubes et placer ceux-ci dans des portoirs qui maintiennent les tubes verticaux. Si des portoirs métalliques (6.3.2.2) sont utilisés, il est très commode et plus rapide de placer les tubes remplis directement dans les portoirs. Les prises d'essai peuvent être déplacées commodément dans le four et dans les bains d'eau sans transferts et manipulations supplémentaires.

Pour des mesures en parallèle, remplir un tube de mesurage de chaque échantillon pour essai pour chaque température de mesurage; pour des mesures en série, remplir un seul tube de mesurage de chaque échantillon pour essai en séquence.

8.6 Élimination de l'historique thermique

Lorsque tous les tubes requis ont été remplis, transférer ceux-ci dans le four (6.4). Maintenir à la température du four pendant une durée minimale de 15 min.