

---

---

**Lait et produits laitiers — Détermination  
de la pureté des matières grasses  
laitières par analyse chromatographique  
en phase gazeuse des triglycérides  
(Méthode de référence)**

*Milk and milk products — Determination of milk fat purity by gas  
chromatographic analysis of triglycerides (Reference method)*  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO 17678:2010](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bef5639a-28c2-41d4-9fab-49b2d5efb0f5/iso-17678-2010)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bef5639a-28c2-41d4-9fab-49b2d5efb0f5/iso-17678-2010>



Numéros de référence  
ISO 17678:2010(F)  
FIL 202:2010(F)

**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 et la FIL déclinent 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 et les comités nationaux de la FIL. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central de l'ISO à l'adresse donnée ci-dessous.

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

[ISO 17678:2010](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/be5639a-28c2-41d4-9fab-49b2d5efb0f5/iso-17678-2010)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/be5639a-28c2-41d4-9fab-49b2d5efb0f5/iso-17678-2010>



**DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT**

© ISO et FIL 2010

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 soit de l'ISO soit de la FIL, à l'une ou l'autre des adresses ci-après.

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](mailto:copyright@iso.org)  
Web [www.iso.org](http://www.iso.org)

Fédération Internationale de Laiterie  
Diamant Building • Boulevard Auguste Reyers 80 • B-1030 Bruxelles  
Tel. + 32 2 733 98 88  
Fax + 32 2 733 04 13  
E-mail [info@fil-idf.org](mailto:info@fil-idf.org)  
Web [www.fil-idf.org](http://www.fil-idf.org)

Publié en Suisse

## Sommaire

Page

Avant-propos .....	iv
1 <b>Domaine d'application</b> .....	1
2 <b>Références normatives</b> .....	2
3 <b>Termes et définitions</b> .....	2
4 <b>Principe</b> .....	2
5 <b>Réactifs</b> .....	2
6 <b>Appareillage</b> .....	3
7 <b>Échantillonnage</b> .....	4
8 <b>Mode opératoire</b> .....	5
8.1 <b>Préparation des échantillons pour essai</b> .....	5
8.2 <b>Préparation de la solution échantillon de matière grasse</b> .....	6
8.3 <b>Analyse chromatographique des triglycérides</b> .....	6
9 <b>Intégration, évaluation et contrôle de la performance analytique</b> .....	8
10 <b>Calcul et expression des résultats</b> .....	10
10.1 <b>Composition des triglycérides</b> .....	10
10.2 <b>Valeurs de <math>S</math></b> .....	11
10.3 <b>Détection des matières grasses étrangères</b> .....	11
11 <b>Fidélité</b> .....	12
11.1 <b>Essai interlaboratoires</b> .....	12
11.2 <b>Répétabilité</b> .....	12
11.3 <b>Reproductibilité</b> .....	12
12 <b>Rapport d'essai</b> .....	13
<b>Annexe A (normative) Préparation de la colonne remplie</b> .....	14
<b>Annexe B (informative) Quantification des matières grasses étrangères</b> .....	18
<b>Annexe C (informative) Incertitude de mesure</b> .....	20
<b>Annexe D (informative) Essai interlaboratoires</b> .....	21
<b>Bibliographie</b> .....	23

## 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 17678|FIL 202 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits alimentaires*, sous-comité SC 5, *Lait et produits laitiers*, et la Fédération Internationale de Laiterie (FIL). Elle est publiée conjointement par l'ISO et la FIL.

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
(standards.iteh.ai)  
ISO 17678:2010  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bef5639a-28c2-41d4-9fab-49b2d5efb0f5/iso-17678-2010>

## Avant-propos

La **FIL (Fédération Internationale de Laiterie)** est une organisation sans but lucratif représentant le secteur laitier mondial. Les membres de la FIL se composent des Comités Nationaux dans chaque pays membre et des associations laitières régionales avec lesquelles la FIL a signé des accords de coopération. Tout membre de la FIL a le droit de faire partie des Comités permanents de la FIL auxquels sont confiés les travaux techniques. La FIL collabore avec l'ISO pour l'élaboration de méthodes normalisées d'analyse et d'échantillonnage pour le lait et les produits laitiers.

La tâche principale des Comités permanents est d'élaborer les Normes internationales. Les projets de Normes internationales adoptés par les Comités permanents sont soumis aux Comités Nationaux pour approbation avant publication en tant que Norme internationale. La publication comme Norme internationale requiert l'approbation de 50 % au moins des Comités Nationaux de la FIL 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. La FIL ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

L'ISO 17678|FIL 202 a été élaborée par la Fédération Internationale de Laiterie (FIL) et le comité technique ISO/TC 34, *Produits alimentaires*, sous-comité SC 5, *Lait et produits laitiers*. Elle est publiée conjointement par la FIL et l'ISO.

iTeh STANDARD PREVIEW

L'ensemble des travaux a été confié au Groupe de projet mixte ISO-FIL, *Matières grasses étrangères*, du Comité permanent chargé des *Méthodes d'analyse de la composition*, sous la conduite de son chef de projet, Dr J. Molquentin (DE).

[ISO 17678:2010](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bef5639a-28c2-41d4-9fab-49b2d5efb0f5/iso-17678-2010)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bef5639a-28c2-41d4-9fab-49b2d5efb0f5/iso-17678-2010>

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

ISO 17678:2010

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bef5639a-28c2-41d4-9fab-49b2d5efb0f5/iso-17678-2010>

# Lait et produits laitiers — Détermination de la pureté des matières grasses laitières par analyse chromatographique en phase gazeuse des triglycérides (Méthode de référence)

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de référence pour la détermination de la pureté des matières grasses laitières par analyse chromatographique en phase gazeuse des triglycérides. La méthode permet de détecter des matières grasses d'origines végétale et animale telles que la graisse de bœuf et le saindoux. À l'aide de formules de triglycérides définies, l'intégrité de la matière grasse laitière est ainsi déterminée.

En principe, la méthode s'applique au lait en vrac, ou aux produits laitiers dérivés, indépendamment des conditions d'alimentation, d'élevage ou de lactation. Elle s'applique en particulier aux matières grasses extraites de produits laitiers supposés contenir des matières grasses laitières pures, présentant une composition non modifiée, comme le beurre, la crème, le lait et le lait en poudre.

Toutefois, dans les circonstances listées ci-après, un résultat faux positif peut être obtenu. Par conséquent, la méthode n'est pas applicable à la matière grasse laitière.

- a) issue de lait de bovin autre que le lait de vache;
- b) issue de vaches individuelles;
- c) issue de vaches ayant reçu une alimentation exceptionnellement riche en huiles végétales pures telles que l'huile de colza;
- d) issue du colostrum;
- e) soumise à un traitement technologique tel que l'élimination du cholestérol ou le fractionnement;
- f) issue du lait écrémé ou du lait battu (babeurre);
- g) extraite selon les méthodes Gerber, Weibull–Berntrop ou Schmid–Bondzynski–Ratzlaff, ou isolée au moyen de détergents [par exemple méthode BDI (Bureau of Dairy Industries)].

Avec les méthodes d'extraction spécifiées en g), d'importantes quantités de glycérides ou phospholipides partiels peuvent passer dans la phase des matières grasses. Par conséquent, le domaine d'application de la présente Norme internationale exclut certains produits et en particulier le fromage, dont le procédé d'affinage peut également affecter la composition de la matière grasse à tel point qu'un résultat faux positif est obtenu.

NOTE 1 Dans la nature, l'acide butyrique (*n*-butanoïque) (C4) se trouve exclusivement dans les matières grasses laitières et permet d'effectuer des estimations quantitatives de petites et moyennes quantités de matières grasses laitières dans les graisses végétales et animales. Cependant, en raison de la grande variation de C4, dont la fraction massique est comprise approximativement entre 3,1 % et 3,8 %, des informations qualitatives et quantitatives peuvent difficilement être fournies lorsque le rapport des matières grasses étrangères aux matières grasses laitières pures atteint jusqu'à 20 % en fraction massique (voir Référence [11]).

NOTE 2 Dans la pratique, des résultats quantitatifs ne peuvent pas être déduits de la teneur en stérols des matières grasses végétales, étant donné que celles-ci sont fonction des conditions de production et de traitement. En outre, la détermination qualitative de matières grasses étrangères au moyen de stérols est ambiguë.

## 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 1211|FIL 1, *Lait — Détermination de la teneur en matière grasse — Méthode gravimétrique (Méthode de référence)*

ISO 2450|FIL 16, *Crème — Détermination de la teneur en matière grasse — Méthode gravimétrique (Méthode de référence)*

ISO 3696, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai*

ISO 7328|FIL 116, *Glaces de consommation et préparations pour glaces à base de lait — Détermination de la teneur en matière grasse — Méthode gravimétrique (méthode de référence)*

## 3 Termes et définitions

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

**3.1 pureté des matières grasses laitières**  
absence de graisses végétales et animales déterminée selon le mode opératoire spécifié dans la présente Norme internationale

NOTE La pureté est déterminée à l'aide de valeurs de  $S$  qui sont calculées à partir de la composition des triglycérides. Les fractions massiques des triglycérides sont exprimées en pourcentage.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bef5639a-28c2-41d4-9fab-49b2d5efb0f5/iso-17678-2010>

## 4 Principe

La matière grasse extraite du lait ou des produits laitiers est analysée par chromatographie en phase gazeuse (CPG) sur une colonne remplie ou une colonne capillaire courte pour doser les triglycérides (TG), lesquels se distinguent en fonction de leur nombre total d'atomes de carbone. Les valeurs de  $S$  sont calculées en insérant la fraction massique, exprimée en pourcentage, correspondant au poids des molécules de matières grasses de différentes tailles (C24 à C54 en utilisant uniquement les nombres de C pairs) dans des formules de TG appropriées. Si les valeurs de  $S$  dépassent les limites établies pour de la matière grasse laitière pure, la présence de matières grasses étrangères est avérée.

NOTE 1 L'aptitude à l'emploi des colonnes remplie et capillaire a déjà été démontrée, tout comme les conditions de leur équivalence (voir Références [8] à [10]).

NOTE 2 La valeur de  $S$  est la somme des fractions massiques pondérées des TG.

## 5 Réactifs

Au cours de l'analyse, sauf indication contraire, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue.

**5.1 Eau**, conforme aux exigences de l'ISO 3696, qualité 2.

**5.2 Gaz vecteur**, azote ou, en variante, hélium ou hydrogène, tous d'une pureté d'au moins 99,995 % en fraction volumique.

**5.3 Étalons de matière grasse**, d'une pureté d'au moins 99 % en fraction massique, pour l'étalonnage de l'étalon de matière grasse laitière décrit en 8.3.3.

**5.3.1 Étalons de triglycérides**, saturés; des produits adaptés sont disponibles dans le commerce.

**5.3.2 Étalon de cholestérol**.

**5.4 Méthanol** ( $\text{CH}_3\text{OH}$ ), ayant une teneur maximale en eau de 0,05 % en fraction massique.

**5.5 *n*-Hexane** [ $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_4\text{CH}_3$ ].

**5.6 *n*-Heptane** [ $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_5\text{CH}_3$ ].

**5.7 Autres gaz**, hydrogène, d'une pureté d'au moins 99,995 % en fraction volumique, exempt d'impuretés organiques ( $\text{C}_n\text{H}_m < 1 \mu\text{l/l}$ ); air synthétique, exempt d'impuretés organiques ( $\text{C}_n\text{H}_m < 1 \mu\text{l/l}$ ).

**5.8 Sulfate de sodium anhydre** ( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ).

## 6 Appareillage

Matériel courant de laboratoire et, en particulier, ce qui suit.

**6.1 Chromatographe en phase gazeuse à haute température**, adapté pour une utilisation à des températures de 400 °C au minimum et équipé d'un détecteur à ionisation de flamme (DIF). En cas de CPG sur colonne capillaire, il est essentiel d'utiliser un système d'injection sur colonne (à dépôt direct) ou un injecteur à température programmée (PTV), tandis qu'un injecteur à division de flux ne convient pas.

Les septums utilisés dans l'injecteur doivent résister à des températures élevées et présenter un très faible degré «d'écoulement». Utiliser uniquement des joints de graphite pour le raccordement de la colonne ainsi que pour l'insert dans le détecteur et/ou l'injecteur (le cas échéant).

**6.2 Colonne de chromatographie**.

**6.2.1 Colonne remplie**, en verre ayant un diamètre intérieur de 2 mm et une longueur de 500 mm, remplie d'une phase stationnaire OV-1 à 3 % sur 125  $\mu\text{m}$  à 150  $\mu\text{m}$  (100 mesh à 120 mesh) Gas ChromoQ<sup>1</sup>).

La préparation, la silanisation, le garnissage et le conditionnement de la colonne remplie sont décrits dans l'Annexe A.

En variante, une colonne capillaire (6.2.2) peut être utilisée.

**6.2.2 Colonne capillaire**, courte, par exemple de 5 m de long, avec une phase stationnaire non polaire résistant à des températures de l'ordre de 400 °C ou plus<sup>2</sup>).

Conditionner la colonne en effectuant 20 analyses d'une solution de matières grasses laitières (8.2) dans un délai n'excédant pas plus de deux jours, avec les réglages indiqués en 8.3.4.2. Après cela, les facteurs de réponse (8.3.3) doivent se situer autour de 1 sans dépasser 1,250 0.

---

1) Exemple de produit 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 ou la FIL approuvent ou recommandent l'emploi exclusif du produit ainsi désigné.

2) CP-Ultimetel SimDist (5 m, 0,53 mm, 0,17  $\mu\text{m}$ ) est un exemple de produit 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 ou la FIL approuvent ou recommandent l'emploi exclusif du produit ainsi désigné.

En raison du chevauchement variable entre le C24 et le cholestérol, un facteur de réponse supérieur peut être admis pour le C24.

Il est possible d'utiliser des colonnes de dimensions différentes et avec une phase non polaire différente résistant à des températures élevées à condition qu'elles présentent des performances compatibles avec la présente Norme internationale. Toutefois, la longueur de la colonne est restreinte par la limitation indispensable de la résolution comme illustré à la Figure 1. Voir également 8.3.4.2.

**6.3 Colonne Extrelut<sup>1)</sup>**, d'une capacité de 1 ml à 3 ml, remplie de gel de silice, requise uniquement pour l'extraction de la matière grasse laitière conformément à 8.1.4.

**6.4 Joints de graphite**, capables de résister à des températures de 400 °C au minimum; à utiliser pour le raccordement de la colonne CPG ainsi que pour l'insert dans le détecteur et/ou l'injecteur.

**6.5 Bain d'eau**, pouvant être maintenu à une température de 50 °C ± 2 °C.

**6.6 Armoire de dessiccation**, capable de fonctionner à 50 °C ± 2 °C et à 100 °C ± 2 °C.

**6.7 Micropipette.**

**6.8 Pipette graduée**, d'une capacité de 5 ml, ISO 835<sup>[2]</sup>, classe A.

**6.9 Fiole à fond rond**, d'une capacité de 50 ml.

**6.10 Fiole Erlenmeyer**, d'une capacité nominale de 250 ml.

**6.11 Entonnoir.**

**6.12 Papier-filtre à micropores.**

**6.13 Évaporateur rotatif.**

**6.14 Ampoules**, d'une capacité nominale de 1 ml, munies d'un capuchon serti ou vissé en aluminium revêtu de polytétrafluoroéthylène.

**6.15 Seringue à injection**, le piston de la seringue ne devant pas toucher le bout de l'aiguille (CPG sur colonne remplie).

NOTE Ces seringues permettent d'obtenir une meilleure répétabilité des résultats.

**6.16 Balance analytique**, capable de peser à 1 mg près, avec une lisibilité de 0,1 mg.

## 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 707 | FIL 50<sup>[1]</sup>.

Il convient qu'un échantillon représentatif ait été transmis au laboratoire. Il convient qu'il n'ait pas été endommagé ou modifié pendant le transport ou le stockage.

## 8 Mode opératoire

### 8.1 Préparation des échantillons pour essai

#### 8.1.1 Généralités

Pour la préparation des échantillons pour essai, utiliser l'une des méthodes d'isolement ou d'extraction des matières grasses laitières spécifiées en 8.1.2 à 8.1.4.

#### 8.1.2 Isolement des matières grasses laitières du beurre ou de l'huile de beurre

Faire fondre 50 g à 100 g de l'échantillon pour essai dans le bain d'eau (6.5) ou l'armoire de dessiccation (6.6) à 50 °C.

Placer 0,5 g à 1,0 g de sulfate de sodium (5.8) sur un papier-filtre plié (6.12). Préchauffer, dans l'armoire de dessiccation (6.6) réglée à 50 °C, une fiole Erlenmeyer de 250 ml (6.10) et un entonnoir (6.11) dans lequel est inséré le papier-filtre contenant le sulfate de sodium.

Lorsque la quantité d'échantillon pour essai disponible est limitée, utiliser un échantillon pour essai plus petit et adapter le mode opératoire en conséquence.

Noter toutefois que la mise en œuvre d'une prise d'essai plus petite engendre un risque plus élevé d'obtenir un échantillon non représentatif.

En conservant dans l'armoire de dessiccation la fiole préchauffée, l'entonnoir et le dispositif de filtration inséré, filtrer la couche de matières grasses de l'échantillon fondu sans transférer le sérum.

NOTE 1 Le beurre peut être obtenu à partir de crème en battant et lavant à fond les grains de beurre qui en résultent.

NOTE 2 La matière grasse laitière obtenue en utilisant le mode opératoire décrit dans le présent paragraphe est presque exempt de phospholipides. [standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bef5639a-28c2-41d4-9fab-49b2d5efb0f5/iso-17678-2010](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bef5639a-28c2-41d4-9fab-49b2d5efb0f5/iso-17678-2010)

#### 8.1.3 Extraction conformément à la méthode gravimétrique de Röse–Gottlieb

Extraire la fraction de matières grasses de l'échantillon pour essai à l'aide de la méthode gravimétrique spécifiée dans l'ISO 1211|FIL 1, l'ISO 2450|FIL 16 ou l'ISO 7328|FIL 116.

#### 8.1.4 Extraction du lait au moyen de colonnes de gel de silice

Porter le lait à une température de 20 °C. À l'aide d'une micropipette (6.7), introduire 0,7 ml de l'échantillon ainsi préparé dans une colonne Extrelut (6.3) de 1 ml à 3 ml de capacité. Laisser l'échantillon se répartir uniformément sur le gel de silice pendant environ 5 min.

Pour dénaturer les complexes protéines-lipides, ajouter dans la colonne Extrelut 1,5 ml de méthanol (5.4) avec la pipette graduée (6.8). Extraire ensuite la fraction de matières grasses de l'échantillon pour essai avec 20 ml de *n*-hexane (5.5). Ajouter le *n*-hexane progressivement, par petites quantités. Recueillir le solvant qui s'égoutte dans une fiole à fond rond de 50 ml (6.9), préalablement séchée jusqu'à stabilisation, à 1 mg près, de sa masse à une valeur connue. Noter la masse à 0,1 mg près.

Après extraction, laisser la colonne s'écouler jusqu'à ce qu'elle soit vide. À partir de l'éluat, éliminer par distillation les solvants sur un évaporateur rotatif (6.13), la température du bain d'eau étant maintenue entre 40 °C et 50 °C.

Une fois les solvants éliminés par distillation, sécher puis peser la fiole à fond rond et son contenu à 1 mg près et noter la masse à 0,1 mg près. Déterminer la masse de matières grasses obtenue en soustrayant la masse de la fiole à fond rond, vide et séchée, de la masse obtenue.

Selon la teneur en matière grasse du lait et la concentration requise de la solution échantillon, vérifier s'il est nécessaire de combiner le résultat de deux extractions, ou plus, pour obtenir une quantité adéquate de matière grasse.

## 8.2 Préparation de la solution échantillon de matière grasse

Pour la chromatographie en phase gazeuse sur colonne remplie, préparer une solution à 5 % (fraction volumique) de la matière grasse obtenue en 8.1.2, 8.1.3 ou 8.1.4 dans du *n*-hexane (5.5) ou du *n*-heptane (5.6). En fonction des dimensions de la colonne, utiliser une concentration à 1 % (grand diamètre intérieur 0,53 mm) ou inférieure en cas d'injection sur colonne (à dépôt direct) avec une colonne capillaire.

Lorsque l'échantillon de matière grasse préparé en 8.1.4 est utilisé, calculer la quantité de solvant (5.5 ou 5.6) à ajouter à l'échantillon pour essai dans la fiole en se fondant sur la masse de matière grasse obtenue.

Dissoudre complètement la matière grasse dans le solvant utilisé. Transférer environ 0,5 ml à 1 ml de la solution échantillon de matière grasse obtenue dans une ampoule (6.14).

## 8.3 Analyse chromatographique des triglycérides

### 8.3.1 Dérive de la ligne de base

Pour réduire au minimum le relèvement de la ligne de base, conditionner la colonne comme spécifié en 6.2.2 (colonne capillaire) ou en A.4 (colonne remplie).

NOTE En raison des températures élevées dans la colonne, l'analyse des TG est particulièrement susceptible de montrer un relèvement de la ligne de base dans la plage correspondant à un nombre élevé d'atomes de carbone.

### 8.3.2 Technique d'injection

#### 8.3.2.1 Colonne remplie <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bef5639a-28c2-41d4-9fab-49b2d5efb0f5/iso-17678-2010>

Pour éviter des effets de discrimination et obtenir de meilleurs résultats quantitatifs avec les composants de TG à point d'ébullition élevé, appliquer la technique «d'injection chaude».

Remplir l'aiguille avec de l'air en aspirant la solution de matière grasse dans le corps de la seringue. Insérer l'aiguille dans l'injecteur. Chauffer l'aiguille préalablement à l'injection pendant environ 3 s, puis injecter rapidement le contenu de la seringue.

#### 8.3.2.2 Colonne capillaire

En cas d'injection à froid sur colonne (à dépôt direct) (8.3.4.2), insérer l'aiguille de la seringue et procéder immédiatement à l'injection. Choisir de manière adéquate le temps de séjour ultérieur de l'aiguille dans l'orifice d'injection afin d'éviter l'apparition d'une large traînée du pic de solvant.

NOTE Le temps de séjour optimal est typiquement de l'ordre de 3 s.

### 8.3.3 Étalonnage

#### 8.3.3.1 Généralités

En vue de l'étalonnage des échantillons pour essai, effectuer deux à trois analyses de la matière grasse laitière étalonnée au début de chaque journée de travail. Utiliser la dernière analyse de la matière grasse laitière étalonnée pour déterminer les facteurs de réponse  $f_i$  (fraction massique divisée par fraction surfacique) des TG et du cholestérol et les appliquer aux échantillons pour essai ultérieurs (voir 10.1):

$$f_i = \frac{w_i \sum A_i}{\sum w_i A_i} \quad (1)$$