
**Corps gras d'origines animale et
végétale — Chromatographie en
phase gazeuse des esters méthyliques
d'acides gras —**

Partie 4:

**Détermination par chromatographie
capillaire en phase gazeuse**
(standards.iteh.ai)

*Animal and vegetable fats and oils — Gas chromatography of fatty
acid methyl esters*

<https://standards.iteh.org/catalog/standards/sist/e781dc0b-485a-4cc0-acc7-f50dfd2fa48/iso-12966-4-2015>
Part 4: Determination by capillary gas chromatography



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 12966-4:2015

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c78bdc0b-485a-4cc0-acc7-f50dfd12fa48/iso-12966-4-2015>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2015, Publié en Suisse

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, 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, l'affichage sur l'internet ou sur un Intranet, sans autorisation écrite préalable. Les demandes d'autorisation peuvent être adressées à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Ch. de Blandonnet 8 • CP 401
CH-1214 Vernier, Geneva, Switzerland
Tel. +41 22 749 01 11
Fax +41 22 749 09 47
copyright@iso.org
www.iso.org

Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Principe	2
4 Réactifs et matériaux	2
4.1 Esters méthyliques d'acides gras (EMAG) de référence.....	2
4.2 Étalons internes.....	2
5 Appareillage	3
6 Échantillonnage	4
7 Préparation de l'échantillon pour essai	4
8 Préparation des esters méthyliques de corps gras et d'acides gras	5
9 Mode opératoire	5
9.1 Généralités.....	5
9.2 Conditions de chromatographie en phase gazeuse.....	5
9.3 Contrôle des performances.....	5
10 Calculs	6
10.1 Analyse qualitative et identification des pics.....	6
10.2 Analyse quantitative.....	6
10.2.1 Calcul de la composition en esters méthyliques d'acides gras.....	6
10.2.2 Calcul de la composition en esters méthyliques d'acides gras en utilisant des facteurs de correction.....	6
10.2.3 Calcul de la composition en esters méthyliques d'acides gras en utilisant un étalon interne.....	7
11 Fidélité	8
11.1 Résultats d'un essai interlaboratoires.....	8
11.2 Répétabilité.....	8
11.3 Reproductibilité.....	8
12 Rapport d'essai	8
Annexe A (informative) Facteur de correction théorique (FCT) du détecteur à ionisation de flamme pour les esters méthyliques d'acides gras (EMAG)	10
Annexe B (informative) Exemples de chromatogrammes	11
Annexe C (informative) Comparaison de la composition en EMAG avec deux colonnes CPG différentes	13
Annexe D (informative) Résultats d'un essai interlaboratoires	15
Bibliographie	21

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 (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

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. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'OMC concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: [Avant-propos — Informations supplémentaires](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c78bdc0b-485a-4cc0-acc7-504fd12648/iso-12966-4-2015).

Le comité chargé de l'élaboration du présent document est l'ISO/TC 34, *Produits alimentaires*, sous-comité SC 11, *Corps gras d'origines animale et végétale*.

Cette première édition annule et remplace l'ISO 5508:1990 et l'ISO 15304:2002, qui ont fait l'objet d'une révision technique.

L'ISO 12966 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Corps gras d'origines animale et végétale — Chromatographie en phase gazeuse des esters méthyliques d'acides gras*:

- *Partie 1: Lignes directrices relatives à la chromatographie en phase gazeuse moderne des esters méthyliques d'acides gras*
- *Partie 2: Préparation des esters méthyliques d'acides gras*
- *Partie 3: Préparation des esters méthyliques à l'aide d'hydroxyde de triméthylsulfonium (TMSH)*
- *Partie 4: Détermination par chromatographie capillaire en phase gazeuse*

Corps gras d'origines animale et végétale — Chromatographie en phase gazeuse des esters méthyliques d'acides gras —

Partie 4: Détermination par chromatographie capillaire en phase gazeuse

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 12966 spécifie une méthode de détermination des esters méthyliques d'acides gras (EMAG) obtenus par transestérification ou estérification de corps gras et d'acide gras par chromatographie en phase gazeuse (CPG) sur colonne capillaire. Les esters méthyliques d'acides gras de C8 à C24 peuvent être séparés en utilisant la présente partie de l'ISO 12966, y compris les esters méthyliques d'acides gras saturés, les esters méthyliques d'acides gras mono-insaturés *cis* et *trans* et les esters méthyliques d'acides gras poly-insaturés *cis* et *trans*.

La méthode s'applique aux corps gras et acides gras bruts, raffinés, partiellement hydrogénés ou totalement hydrogénés d'origines animale et végétale.

La présente méthode ne convient pas à l'analyse des matières grasses laitières provenant des ruminants, ou des produits supplémentés en acide linoléique conjugué (CLA). Le lait et les produits laitiers (ou corps gras dérivés du lait et des produits laitiers) ne relèvent pas du domaine d'application de la présente partie de l'ISO 12966.

La présente partie de l'ISO 12966 ne s'applique pas aux acides gras et corps gras dimérisés, trimérisés, polymérisés et oxydés.

2 Références normatives

Les documents ci-après, dans leur intégralité ou non, sont des références normatives indispensables à 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 3696, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai*

ISO 6353, *Réactifs pour analyse chimique*

ISO 12966-2, *Corps gras d'origines animale et végétale — Chromatographie en phase gazeuse des esters méthyliques d'acides gras — Partie 2: Préparation des esters méthyliques d'acides gras*

ISO 12966-3, *Corps gras d'origines animale et végétale — Chromatographie en phase gazeuse des esters méthyliques d'acides gras — Partie 3: Préparation des esters méthyliques à l'aide d'hydroxyde de triméthylsulfonium (TMSH)*

3 Principe

En utilisant la chromatographie en phase gazeuse sur colonne capillaire, les EMAG sont séparés sur une phase stationnaire de polarité élevée, en fonction de la longueur de leur chaîne, de leur degré de (in) saturation ainsi que de la géométrie et de la position des doubles liaisons.

4 Réactifs et matériaux

Sauf indication contraire, utiliser uniquement des réactifs spécifiés dans l'ISO 6353-2 et l'ISO 6353-3 (s'ils y sont énumérés). Sinon, utiliser des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau de qualité 3 au minimum, telle que définie dans l'ISO 3696.

AVERTISSEMENT — L'attention est appelée sur les réglementations relatives à la manipulation des substances dangereuses. Des mesures de sécurité d'ordre technique, organisationnel et personnel doivent être suivies.

4.1 Esters méthyliques d'acides gras (EMAG) de référence

4.1.1 Il convient d'utiliser des mélanges d'EMAG purs et/ou des huiles ayant une composition connue en acides gras pour l'identification des acides gras analysés dans les conditions d'essai de la présente méthode.

4.1.2 Corps gras ayant une composition certifiée en acides gras, par exemple le matériau de référence certifié BCR 162.

4.1.3 Esters méthyliques d'acides gras (EMAG) de référence - Esters méthyliques d'acides gras purs, en particulier isomères *cis* et *trans* de l'acide octadécénoïque (oléique), isomères *trans* des acides octadécadiénoïques (linoléique) et octadécatriénoïque (α -linoléique). Une vaste gamme d'isomères *cis* et *trans* de l'ester méthylique d'acide octadécénoïque est disponible sur le marché. Des isomères géométriques *trans* des acides linoléique et α -linoléique peuvent être préparés en laboratoire à l'aide d'acide p-toluènesulfonique. Outre les composés purs, des mélanges appropriés d'EMAG sont également disponibles dans le commerce.

4.2 Étalons internes

Pour la quantification des acides gras, en grammes par 100 g, il est nécessaire d'utiliser un EMAG comme étalon interne. Un étalonnage externe avec des mélanges de différents acides gras est également possible.

NOTE S'il est nécessaire de vérifier le taux de récupération et l'efficacité de la méthode de dérivation, il convient donc d'utiliser les deux étalons internes TAG et EMAG, ou l'un des deux. Alors que l'étalon interne TAG-EI est ajouté à l'échantillon avant la préparation des EMAG, l'étalon interne EMAG-EI est ajouté avant ou après la préparation des EMAG. L'EMAG-EI est utilisé pour calculer le taux de récupération de l'EMAG à partir du TAG-EI et, par conséquent, l'efficacité de la procédure de dérivation. Dans ce cas, les étalons doivent avoir une longueur de chaîne différente.

Selon le type de corps gras, différents étalons internes peuvent être utilisés (EMAG C11:0, EMAG C17:0, EMAG C19:0, EMAG C21:0, EMAG C23:0, etc.). Un étalonnage externe avec des mélanges de différents acides gras est également possible. Il est recommandé d'effectuer une analyse supplémentaire de l'échantillon sans ajouter l'étalon interne afin de vérifier la teneur naturelle en acide gras qui est utilisé comme étalon interne. La teneur doit être prise en compte dans le calcul.

IMPORTANT — Si le TAG-EI (4.2.2) est difficile à dissoudre à froid, une méthode de méthylation à chaud, comme spécifié dans l'ISO 12966-2:2011, 4.3, 4.4, et 4.5, doit être utilisée.

Les solutions d'étalon interne sont stables si des précautions sont prises pour éliminer la perte de solvant, et donc une variation de la concentration de l'EI. Par exemple, conserver la solution au réfrigérateur dans une bouteille ambrée étanche lorsqu'elle n'est pas utilisée. Des étalons purs sont disponibles sur le marché. La pureté de l'étalon interne doit être confirmée par une analyse par chromatographie sur

couche mince, chromatographie en phase liquide à haute performance, chromatographie en phase gazeuse ou par toute autre technique appropriée.

Des exemples d'étalons appropriés (sous forme d'EMAG et de TAG) sont donnés ci-dessous:

4.2.1 Ester méthylique d'acide gras (EMAG) en tant que solution d'étalon interne (EI):

EMAG C21:0 – il convient d'utiliser comme étalon interne une solution d'ester méthylique d'acide hénécicosanoïque (pureté > 99 %), de concentration massique 5,0 mg/ml, dans de l'iso-octane ou du MTBE.

4.2.2 Solution d'étalon interne (EI) de triacylglycérol (TAG):

TAG C21:0 - trihénécicosanoïne (pureté > 99 %), concentration massique 5,0 mg/ml dans du chloroforme. La solution d'étalon interne de TAG est stable si des précautions sont prises pour éliminer la perte de solvant, et donc une variation de la concentration de l'EI. Par exemple, conserver la solution au réfrigérateur dans une bouteille ambrée étanche lorsqu'elle n'est pas utilisée. De la trihénécicosanoïne pure est disponible sur le marché. La pureté de l'étalon interne doit être confirmée par une analyse par chromatographie sur couche mince, chromatographie en phase liquide à haute performance, chromatographie en phase gazeuse ou par toute autre technique appropriée.

Le toluène peut être utilisé à la place du chloroforme avec les considérations suivantes. La trihénécicosanoïne n'est pas aussi soluble dans le toluène que dans le chloroforme. Une solution ayant une concentration massique de 2 mg/ml peut être préparée dans le toluène. Il est nécessaire de réchauffer légèrement la solution pour la dissoudre, mais une fois en solution, elle restera dissoute si la solution est conservée à température ambiante. Si la solution est conservée au réfrigérateur, elle cristallisera, mais pourra être dissoute à nouveau en réchauffant légèrement la solution. Il est nécessaire de veiller à ce que le toluène ne s'évapore pas pendant cette procédure de réchauffement. Il est également nécessaire de prendre des mesures pour éviter la perte de toluène pendant la conservation. Les solvants autres que l'iso-octane (c'est-à-dire le chloroforme ou le toluène) doivent être éliminés après l'addition du TAG-EI car ces solvants ne sont pas utilisés dans la dérivation selon l'ISO 12966-2.

4.3 Iso-octane (triméthyl-2, 2, 4-pentane).

4.4 Méthyl *tert*-butyl éther (MTBE) (méthoxy-2-méthyl-2-propane).

4.5 Chloroforme.

MESURES DE SÉCURITÉ Le chloroforme est classé comme solvant carcinogène (catégorie 3).

4.6 *n*-Hexane.

4.7 *n*-Heptane.

MESURES DE SÉCURITÉ Une exposition prolongée par inhalation et ingestion peut entraîner un risque grave pour la santé, malgré une preuve limitée d'effet carcinogène (Catégorie 3).

4.8 Toluène.

5 Appareillage

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

5.1 Appareil de chromatographie en phase gazeuse, muni d'un détecteur à ionisation de flamme, d'un dispositif d'injection avec ou sans division et d'un système d'acquisition de données.

NOTE Il est également possible d'utiliser des dispositifs d'injection directe dans la colonne et des vaporisateurs à température programmée (PTV).

5.2 Colonne capillaire, capillaire en silice fondue de 100 m de longueur et 0,25 mm de diamètre intérieur, revêtu de SP-2560 ou CP-Sil 88¹⁾, avec phase stationnaire constituée de 100 % de cyanopropylsilicone, d'une épaisseur de 0,20 µm. Des colonnes préparées sont disponibles dans le commerce auprès de différents fournisseurs.

NOTE Il est recommandé d'utiliser des colonnes de 100 m de longueur, 0,25 mm de diamètre intérieur, 0,20 µm d'épaisseur de film avec comme phase stationnaire SP-2560 ou CP-Sil 88, car la capacité de séparation de ces colonnes est suffisante pour séparer la plupart des isomères C18:1 *trans* et *cis*. Si cette séparation n'est pas requise, une colonne de 50 m ou de 60 m peut également être utilisée. Toutefois, certaines colonnes de 50 m ou 60 m de longueur permettent également d'obtenir cette séparation, essentiellement pour des huiles d'origine végétale. D'autres types de colonnes (BPX70, DB-23, HP-23, Rtx-2330, SP-2330, SP-2380, etc.) peuvent également être utilisés, mais un décalage de l'ordre d'élution est possible. Pour une analyse rapide par chromatographie en phase gazeuse, il est également possible d'utiliser des colonnes courtes (10 m à 15 m), mais avec des informations limitées qui, dans certains cas, ne constitueront pas un problème.

5.3 Microseringue, pour chromatographie en phase gazeuse, contenance 10 µl, avec aiguille en acier trempé.

5.4 Gaz vecteur, hydrogène (recommandé) ou hélium, pureté 99,999 5 % ou supérieure, de qualité pour chromatographie en phase gazeuse, sec et privé d'oxygène à l'aide de filtres appropriés (< 0,1 mg/kg), exempt d'impuretés organiques.

NOTE L'azote gazeux n'est pas acceptable comme gaz vecteur pour cette méthode.

AVERTISSEMENT — L'hydrogène, utilisé avec les colonnes capillaires, permet de doubler la vitesse d'analyse (par rapport à l'hélium), mais il est dangereux. Il existe cependant des générateurs d'hydrogène et des dispositifs de sécurité et il est indispensable d'incorporer un dispositif approprié dans l'appareil. (standards.iteh.ai)

5.5 Gaz de flamme, hydrogène et air, de qualité pour chromatographie en phase gazeuse.

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c78bdc0b-485a-4cc0-acc7-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c78bdc0b-485a-4cc0-acc7-50df12fa48/iso-12966-4-2015)

5.6 Gaz d'entraînement, azote ou hélium, de qualité pour chromatographie en phase gazeuse), exempt d'impuretés organiques.

6 Échantillonnage

Il convient d'envoyer un échantillon représentatif au laboratoire. Il convient que cet échantillon ne soit ni endommagé ni modifié au cours du transport ou du stockage.

L'échantillonnage ne fait pas partie de la méthode spécifiée dans la présente partie de l'ISO 12966. Une méthode d'échantillonnage recommandée est indiquée dans l'ISO 5555.

7 Préparation de l'échantillon pour essai

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

1) Exemples de produits appropriés disponibles sur le marché. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs du présent document 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.

8 Préparation des esters méthyliques de corps gras et d'acides gras

Les esters méthyliques d'acides gras sont préparés conformément à l'ISO 12966-2 ou à l'ISO 12966-3.

NOTE Avant la méthylation, la solution d'étalon interne est, si nécessaire, introduite dans le ballon à réaction de manière à obtenir, après l'addition du corps gras, une fraction massique comprise entre 0,05 et 0,10 mg d'étalon interne/mg de corps gras. Étant donné qu'un solvant est utilisé dans l'étalon interne, il doit être évaporé du ballon avant la procédure de méthylation.

Dissoudre les EMAG préparés dans du *n*-heptane, du *n*-hexane, ou de l'iso-octane. Pour une injection avec division, il convient que la concentration massique soit d'environ 15 mg/ml à 20 mg/ml. Pour une injection directe dans la colonne, il convient que la concentration massique soit adaptée.

9 Mode opératoire

AVERTISSEMENT — Compte tenu du caractère toxique de certains solvants, une hotte ventilée doit être utilisée.

9.1 Généralités

Le premier échantillon d'un lot d'analyse doit toujours être un solvant de dissolution des EMAG à blanc. Aucun pic ne doit être détecté lors de cet essai à blanc.

9.2 Conditions de chromatographie en phase gazeuse

Régler les températures et les conditions de chromatographie en phase gazeuse en tenant compte du type de corps gras ou d'acide gras analysé et de l'appareillage utilisé. Les conditions suivantes se sont avérées appropriées pour la séparation des EMAG (C4 à C24) sur des colonnes de 100 m. Toutefois, d'autres conditions sont également possibles et peuvent être utilisées.

Température du dispositif d'injection: 250 °C

Température du détecteur: 250 °C

Température du four: 120 °C à 240 °C à 4 °C/min, maintien à température pendant 7 min à 240 °C

Gaz vecteur (hydrogène): pression en tête de colonne, 220 kPa

vitesse linéaire: 30 cm/s à 40 cm/s; débit: environ 1,0 ml/min;

rapport de division, 1:100

Volume d'injection: 1 µl (équivalent à 15 µg à 20 µg d'EMAG)

Des exemples de chromatogrammes et d'autres conditions sont indiqués à l'[Annexe B](#) et l'[Annexe C](#).

NOTE Pour l'analyse des corps gras d'origine animale, l'élution complète de tous les EMAG peut être contrôlée avec des étalons de référence certifiés.

9.3 Contrôle des performances

Les performances de la colonne sont contrôlées à l'aide d'un mélange approprié d'esters méthyliques d'acides gras couvrant la gamme des acides gras étudiés. Étant donné que les modèles d'appareils de CPG du commerce sont différents et que la séparation obtenue n'est pas identique aux exemples de chromatogrammes, de légères modifications de la taille de l'échantillon, de la concentration de l'échantillon ou de la température du four peuvent être nécessaires. Dans ce cas, ajuster la taille de l'échantillon, la concentration de l'échantillon ou la température du four jusqu'à obtention des meilleurs

résultats de séparation. Si la température du four pour colonne doit être ajustée, il convient de le faire par petits incréments, de préférence par paliers de 1 °C.

NOTE Sur toutes les colonnes capillaires en cyanopropylsilicone, la température de la colonne a un effet majeur sur le profil d'éluion des isomères C18:1 13t et 14t, C18:1 16t, C18:1 14c, C18:3 9c, 12c, 15t, C20:1 11c et C18:3 9c, 12c, et 15c.

10 Calculs

10.1 Analyse qualitative et identification des pics

Chaque EMAG est identifié par son temps de rétention et par comparaison avec des étalons d'EMAG de référence et des échantillons d'huiles hydrogénées de référence.

Lorsque des pics inconnus sont observés, il convient de les identifier à l'aide de méthodes appropriées telles que la chromatographie en phase gazeuse-spectrométrie de masse (GC-MS), la spectrométrie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR), la chromatographie à l'ion argent et des méthodes chimiques classiques. Il convient de ne pas inclure les pics d'identité inconnue dans la somme des aires des pics lors du calcul de la composition en acides gras, sauf s'il a été confirmé qu'il s'agit d'acides gras. Il est également possible d'établir un récapitulatif des pics inconnus.

NOTE En utilisant cette technique, il existe une co-élution mineure des isomères *cis* et *trans* d'acides gras, en particulier dans la région du C18:1 (acide oléique *cis* 9). Au cours du raffinage (à haute température) (désacidification et désodorisation), seuls les isomères géométriques sont formés pour des acides gras mono-insaturés et poly-insaturés, c'est-à-dire que la position de la (des) double(s) liaison(s) sur la chaîne hydrocarbonée n'est pas modifiée. Au cours de l'hydrogénation, des isomères de position et des isomères géométriques sont formés.

10.2 Analyse quantitative

10.2.1 Calcul de la composition en esters méthyliques d'acides gras

Calculer la fraction d'aire x_i , de chaque ester méthylique d'acide gras, exprimée en pourcentage en aire des esters méthyliques, tel que donné par la Formule (1):

$$x_i = \frac{A_i}{\sum A} \times 100 \quad (1)$$

où

A_i est l'aire du pic correspondant à l'ester méthylique d'acide gras i ;

$\sum A$ est la somme des aires de tous les pics correspondant à la totalité des esters méthyliques d'acides gras individuels.

Pour la plupart des corps gras, la fraction d'aire des esters méthyliques d'acides gras est égale à la fraction d'aire des triacylglycérols, en grammes par 100 g (voir [10.2.2](#) pour certains cas).

Selon la méthode Ce 1h-05 de l'AOCs, les facteurs permettant de convertir les EMAG en TAG équivalents sont compris entre 0,9114 (C8:0) et 0,9965 (C24:1) et sont donc négligeables. Si le système de chromatographie obéit à ces facteurs, il peut être supposé que le rapport des aires des pics des EMAG est identique au rapport des fractions massiques.

Les résultats sont exprimés en grammes par 100 grammes, avec une décimale pour les valeurs.

10.2.2 Calcul de la composition en esters méthyliques d'acides gras en utilisant des facteurs de correction

Dans certains cas, par exemple en présence d'acides gras contenant moins de 16 atomes de carbone (corps gras lauriques avec C10, C12, et C14), il convient de corriger les aires à l'aide de facteurs de

correction spécifiques (F). Il convient de déterminer ces facteurs pour chaque instrument. À cet effet, il convient d'utiliser des matériaux de référence appropriés ayant une composition certifiée en acides gras dans la gamme correspondante.

Selon les exigences des clients, le facteur de correction peut ne pas être utilisé. Toutefois, l'utilisation (ou non) du facteur de correction doit être spécifiée dans le rapport d'analyse.

Ces facteurs de correction ne sont pas identiques aux facteurs de correction théoriques du détecteur à ionisation de flamme (FID) qui sont indiqués à l'Annexe A, car ils englobent également les performances du système d'injection, etc. Toutefois, en cas de différences plus importantes, les performances de l'ensemble du système doivent être contrôlées.

Pour le mélange de référence, la fraction massique w_i , en grammes par 100 g d'EMAG, i , est donnée par la Formule (2):

$$w_i = \frac{m_i}{\sum m} \times 100 \quad (2)$$

où

m_i est la masse d'EMAG i dans le mélange de référence;

$\sum m$ est la somme des masses des différents constituants EMAG du mélange de référence.

À partir du chromatogramme du mélange de référence, calculer le pourcentage en aire de l'EMAG i comme suit:

$$x_i = \frac{A_i}{\sum A} \times 100 \quad (3)$$

où

A_i est l'aire correspondant à l'EMAG i dans le mélange de référence;

$\sum A$ est la somme de toutes les aires correspondant à tous les EMAG du mélange de référence.

Le facteur de correction F_i est alors:

$$F_i = \frac{m_i \times \sum A}{A_i \times \sum m} \quad (4)$$

Pour l'échantillon, la fraction massique, w_i , en grammes par 100 g de chaque EMAG, i , est donnée par la Formule (5):

$$w_i = \frac{F_i \times A_i}{\sum (F_i \times A_i)} \quad (5)$$

NOTE La valeur calculée correspond au pourcentage en masse de l'acide gras individuel calculé en triacylglycérol par 100 g de corps gras.

10.2.3 Calcul de la composition en esters méthyliques d'acides gras en utilisant un étalon interne

Dans certaines analyses (par exemple, lorsque tous les acides gras ne sont pas quantifiés, comme lorsque des acides contenant quatre et six atomes de carbone sont présents à côté d'acides contenant 16 et 18 atomes de carbone, ou bien lorsqu'il est nécessaire de déterminer la quantité absolue d'un acide gras dans un échantillon), il est nécessaire d'utiliser un étalon interne. Des acides gras contenant 15, 17, 19, ou 21 atomes de carbone sont fréquemment utilisés. Il convient de déterminer le facteur de correction (s'il y a lieu) de l'étalon interne.