
**Corps gras d'origines animale et
végétale — Détermination des esters
de chloropropanediols (MCPD) et
d'acides gras et des esters de glycidol
et d'acides gras par CPG/SM —**

Partie 2:
**Méthode par transestérification
alcaline lente et mesure pour le
2-MCPD, le 3-MCPD et le glycidol**

Animal and vegetable fats and oils — Determination of fatty-acid-bound chloropropanediols (MCPDs) and glycidol by GC/MS —

Part 2: Method using slow alkaline transesterification and measurement for 2-MCPD, 3-MCPD and glycidol



iTeh Standards
(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview

ISO 18363-2:2018

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/ff66ff00-5805-427a-8a27-5f9edb1e5203/iso-18363-2-2018>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2018

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, 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, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 401 • Ch. de Blandonnet 8
CH-1214 Vernier, Genève
Tél.: +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
Introduction	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principe	2
5 Réactifs	3
5.1 Généralités	3
5.2 Solvants et produits chimiques	3
5.3 Composés étalons et composés de référence	3
5.4 Solutions de travail **	4
5.5 Autres solutions	4
6 Appareillage	5
7 Échantillon	5
7.1 Échantillonnage	5
7.2 Préparation de l'échantillon pour essai	5
8 Mode opératoire	5
8.1 Ajout d'étalon de substitution et homogénéisation	5
8.2 Clivage des esters et transformation du glycidol	6
8.3 Élimination de la matrice	6
8.4 Dérivatisation	6
8.5 Références relatives à la chromatographie en phase gazeuse/spectrométrie de masse (CPG/SM)	6
9 Expression des résultats	7
9.1 Détermination du glycidol lié	7
9.2 Détermination du 2-MCPD lié	9
9.3 Détermination du 3-MCPD lié	9
9.4 Détermination du degré de clivage des diesters	9
9.5 Contrôle qualité	10
10 Notes	10
Annexe A (informative) Exemples de chromatogrammes pertinents et d'évaluation des données basés sur de l'huile de palme «à faible teneur en MCPD»	13
Annexe B (informative) Résultats des essais interlaboratoires	20
Bibliographie	22

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 attirée 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 nature volontaire des normes, 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'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir www.iso.org/avant-propos.

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 34, *Produits alimentaires*, sous-comité SC 11, *Corps gras d'origines animale et végétale*. 00-5805-427a-8a27-5f9edbl e5203/iso-18363-2-2018

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse www.iso.org/fr/members.html.

Une liste de toutes les parties de la série ISO 18363 se trouve sur le site web de l'ISO.

Introduction

La série ISO 18363 est un ensemble de Normes internationales pouvant être utilisé pour la détermination des esters de MCPD et de glycidol. Cette introduction décrit les méthodes spécifiées dans les trois documents actuellement publiés ou proposés pour que les analystes puissent décider des méthodes qui conviennent à leurs applications. L'application détaillée de chaque méthode figure dans le domaine d'application de la méthode concernée.

L'ISO 18363-1[1] est une méthode différentielle équivalente à la norme C-VI 18 (10)[2] de la DGF et identique à la méthode officielle Cd 29c-13[3] de l'AOCs. En résumé, elle repose sur la libération rapide par catalyse alcaline de 3-MCPD et de glycidol à partir de leurs dérivés esters. Le glycidol est par la suite converti en 3-MCPD. Elle comprend deux parties. La première partie (A) permet de déterminer la somme des esters de 3-MCPD et des esters de glycidol, tandis que la seconde partie (B) ne détermine que les esters de 3-MCPD. Les deux analyses reposent sur la libération des analytes cibles, le 3-MCPD et le glycidol, à partir des esters par alcoololyse en présence d'un catalyseur alcalin à température ambiante. Dans la partie A, une solution acidifiée de chlorure de sodium est utilisée pour interrompre la réaction qui induit par la suite la conversion du glycidol en 3-MCPD. Il n'est par conséquent plus possible de faire la distinction entre le 3-MCPD et le glycidol dans la partie A. Dans la partie B, la réaction est interrompue par ajout d'une solution saline acidifiée exempte de chlorure qui évite aussi la conversion du glycidol en MCPD. La partie B permet donc de déterminer la véritable teneur en 3-MCPD. Enfin, la teneur en glycidol de l'échantillon est proportionnelle à la différence entre les deux analyses (A - B) et peut être calculée lorsque le coefficient de transformation du glycidol en 3-MCPD a été déterminé. L'ISO 18363-1 s'applique à la détermination rapide des esters de 3-MCPD et de glycidol dans les corps gras d'origine végétale raffinés et non raffinés. L'ISO 18363-1 peut également s'appliquer aux graisses animales et aux huiles de friture usagées, mais une étude de validation doit être menée avant de procéder à l'analyse de ces matrices. Les analytes libres éventuellement contenus dans l'échantillon sont habituellement inclus dans les résultats, mais le document ne permet pas de faire la distinction entre les analytes libres et les analytes liés. Néanmoins, les études disponibles au moment de la publication de la présente norme ne révèlent aucune teneur en analytes libres aussi élevée que la teneur en analytes estérifiés dans les corps gras d'origine végétale raffinés. En principe, l'ISO 18363-1 peut également être modifiée de façon à permettre la détermination du 2-MCPD,[4] mais une fois encore, une étude de validation doit être menée avant d'analyser cet analyte. <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/ff66ff00-5805-427a-8a27-5f9edbe5203/iso-18363-2-2018>

Le présent document correspond à la méthode officielle Cd 29b-13[5][6] de l'AOCs. Pour en savoir plus sur les données de validation correspondantes, voir l'Annexe B. En résumé, elle repose sur une libération alcaline lente de MCPD et de glycidol à partir des formes esters. Le glycidol est par la suite converti en 3-MCPD. Le présent document comprend deux préparations d'échantillons qui se distinguent par l'utilisation d'étalons internes. Les deux préparations sont utilisées pour la détermination des esters de 2-MCPD et de 3-MCPD. Un résultat préliminaire pour le glycidol issu des formes esters est déterminé dans la partie A. Comme le 3-MCPD présent dans l'échantillon sera partiellement converti en glycidol lors de la préparation de l'échantillon, la partie B sert à quantifier la teneur en glycidol issue de cette conversion qui est ensuite soustraite du résultat préliminaire obtenu pour le glycidol dans la partie A. L'utilisation d'isomères isotopiques de MCPD libres dans l'analyse A et de formes isotopiques d'esters de 2-MCPD et de 3-MCPD dans la partie B permet de surveiller le rendement du clivage des esters. Les analyses A et B reposent toutes les deux sur la libération des analytes cibles, 2-MCPD, 3-MCPD et glycidol, à partir des esters dans le cadre d'une alcoololyse lente en présence d'un catalyseur alcalin dans le froid. Dans les deux préparations d'échantillons, la réaction est interrompue par l'ajout d'une solution acidifiée et concentrée de bromure de sodium de façon à transformer le glycidol instable et volatil en 3-MCPD qui présente des propriétés comparables au 3-MCPD en matière de stabilité et de performances chromatographiques. De plus, l'excès important d'ions bromure empêche la formation non souhaitée de 3-MCPD à partir du glycidol dans les échantillons contenant naturellement des quantités de chlorure. Le présent document s'applique à la détermination des esters de 3-MCPD, de 2-MCPD et de glycidol dans les corps gras d'origine végétale raffinés et non raffinés. Il s'applique également aux graisses animales et aux huiles de friture usagées, mais une étude de validation doit être menée avant de procéder à l'analyse de ces matrices. Les analytes libres éventuellement contenus dans l'échantillon sont habituellement inclus dans les résultats, mais le document ne permet pas de faire la distinction entre les analytes libres et les analytes liés. Néanmoins, les études disponibles au moment de la publication du présent document