NORME INTERNATIONALE

ISO 12966-3

Deuxième édition
2016-05-15

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)

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

Part 3: Preparation of methyl esters using trimethylsulfonium hydroxide (TMSH)



Numéro de référence
ISO 12966-3:2016(F)

© ISO 2016



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2016, 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 **1**
4 Réactifs **2**
5 Appareillage **2**
6 Échantillonnage **2**
7 Préparation de l'échantillon pour essai **2**
8 Mode opératoire **2**
9 Rapport d'essai **3**
Bibliographie **4**

© ISO 2016 – Tous droits réservés

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.

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

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 12966-3:2009), dont elle constitue une révision mineure. Le domaine d'application a été révisé pour indiquer que le document n'est pas applicable au lait et aux produits laitiers.

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*

 © ISO 2016 – Tous droits réservés

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)

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 12966 spécifie une méthode de transestérification rapide des corps gras par catalyse basique avec de l'hydroxyde de triméthylsulfonium (TMSH), pour préparer des esters méthyliques d'acides gras. Cette méthode s'applique exclusivement à la préparation des esters méthyliques des corps gras pour l'analyse chromatographique en phase gazeuse-liquide (CPG). Elle s'applique à tous les corps gras, à l'exclusion de ceux issus du lait et des produits laitiers. L'isomérisation des acides gras insaturés ne se produit que rarement et les acides gras isomérisés ne sont présents que dans la limite de détermination. Puisqu'il y a isomérisation, ce mode opératoire n'est pas recommandé pour l'acide linoléique conjugué (CLA).

Seulement environ 70 % à 80 % des acides gras libres sont estérifiés. Dans le cas d'acides gras conjugués cyclopropyl et cyclopropényl, des réactions secondaires peuvent se produire mais n'interfèrent pas dans la détermination des acides gras.

NOTE La présente partie de l'ISO 12966 repose sur la Méthode normalisée allemande C-VI 11e (98) (voir Référence [8]).

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*

3 Principe

L'échantillon est dissous dans de l'éther de méthyle et de *tert*-butyle (MTBE) et mélangé avec une solution méthanolique d'hydroxyde de triméthylsulfonium. Les glycérides sont transestérifiés par catalyse basique et les esters méthyliques d'acides gras sont formés (voir Références [4] à[8]). Les acides gras libres sont convertis en sels qui sont pyrolysés en esters méthyliques et en diméthylsulfure dans l'injecteur. L'excès de réactif est également pyrolysé en méthanol et en diméthylsulfure. Pour obtenir une réaction pyrolytique complète, un injecteur chaud (injection avec diviseur de débit) réglé à au moins 250 °C est nécessaire.

Pour déterminer les acides gras à chaîne courte (C_4 à C_8), l'ester méthylique d'acide pentanoïque (valérique) doit être utilisé comme étalon interne. Les lipides contenant des groupes hydroxyles sont partiellement convertis en dérivés de type éther méthylique (*O*-méthyl) pouvant interférer avec les esters méthyliques d'acides gras dans la séparation CPG (voir Référence [9]). Des pics provenant du réactif peuvent survenir en début de chromatogramme (région du C_4). Ces pics ne sont pas pris en compte.

© ISO 2016 – Tous droits réservés