NORME INTERNATIONALE

ISO 17780

Première édition
2015-08-15

Corp gras d'origines animale et végétale — Détermination des hydrocarbures aliphatiques en corps gras d'origines végétale

Animal and vegetable fats and oils — Determination of aliphatic hydrocarbons in vegetable oils

Numéro de référence
ISO 17780:2015(F)

© ISO 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**
Introduction ..... **v**
1 Domaine d'application **1**
2 Références normatives **1**
3 Termes et définitions **1**
4 Principe **2**
5 Réactifs **2**
6 Appareillage **4**
7 Échantillonnage **5**
8 Préparation de l'échantillon pour essai **5**
9 Mode opératoire **5**
9.1 Préparation de la colonne de chromatographie 5
9.1.1 Préparation du gel de silice imprégné d'$AgNO_3$ 5
9.1.2 Garnissage de la colonne 5
9.2 Élution de la fraction d'hydrocarbures 6
9.3 Chromatographie en phase gazeuse 6
9.3.1 Réglage de l'appareillage 6
9.3.2 Conditions opératoires de l'analyse par chromatographie en phase gazeuse 6
9.3.3 Identification des pics 7
9.3.4 Performances du système de chromatographie en phase gazeuse 7
9.4 Essai à blanc 7
9.5 Dosage quantitatif 8
10 Dosage des hydrocarbures susceptibles d'être d'origine minérale **11**
11 Fidélité **11**
11.1 Essais interlaboratoires 11
11.2 Répétabilité 11
11.3 Reproductibilité 12
12 Rapport d'essai **12**
Annexe A (informative) **Exemples de chromatogrammes** **13**
Annexe B (informative) **Validation de la purification sur gel de silice imprégné de nitrate d'argent** **18**
Annexe C (informative) **Mode opératoire de la méthode rapide** **20**
Annexe D (informative) **Extraction de la matière grasse d'un échantillon alimentaire** **24**
Annexe E (informative) **Résultats des essais interlaboratoires** **27**
Bibliographie **30**

© ISO 2015 – 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 du présent document est l'ISO/TC 34, *Produits alimentaires*, Sous-comité SC 11, *Corps gras d'origines animale et végétale*.

© ISO 2015 – Tous droits réservés

Introduction

La majorité des hydrocarbures saturés présents dans les huiles végétales sont des *n*-alcanes à chaîne longue, contenant plus de 21 atomes de carbone et dont le nombre d'atomes de carbone est de préférence impair.[1]

Les huiles minérales peuvent contenir des *n*-alcanes possédant jusqu'à 60 atomes de carbone sans prédominance d'atomes de carbone de nombre impair. Les chromatogrammes des huiles minérales obtenus par cette méthode se caractérisent par un pic large dû à la présence d'un mélange complexe d'hydrocarbures saturés, ramifiés et cycliques. Les huiles minérales à basse et moyenne viscosité se distinguent généralement par un mélange complexe de longueurs de chaîne comprises entre C10 et C25, alors que les huiles minérales à haute viscosité sont caractérisées par un mélange complexe dont la longueur de chaîne moyenne avoisine C30.[2] Le Comité mixte FAO/OMS d'experts des additifs alimentaires (JECFA) a fixé plusieurs DJA pour les huiles minérales (2002), en scindant les huiles minérales à basse-moyenne viscosité en 3 différentes sous-classes en fonction du niveau de toxicité. La présente méthode ne permet pas de distinguer les différentes classes.

Les chromatogrammes de gasoil se caractérisent par la présence de n-alcanes de longueurs de chaîne comprises entre C10 et C25 sans prédominance d'atomes de carbone de nombre impair, c'est-à-dire que les hydrocarbures à nombres d'atomes de carbone pair et impair sont présents en proportions sensiblement égales.

© ISO 2015 – Tous droits réservés

Corp gras d'origines animale et végétale — Détermination des hydrocarbures aliphatiques en corps gras d'origines végétale

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode applicable pour le dosage des hydrocarbures aliphatiques saturés de C10 à C56 d'origine naturelle présents dans les huiles végétales, ainsi que pour détecter la présence d'huile minérale et de gasoil.

La méthode est applicable à tous les types de corps gras comestibles bruts et raffinés, pour des concentrations d'huiles minérales allant de 50 mg/kg à 1 000 mg/kg.

L'Annexe C propose une méthode de dosage rapide pour les huiles raffinées et vierges (ou pressées à froid). Cette méthode rapide ne convient pas pour les huiles brutes en raison d'un défaut de rétention des triglycérides observé pour certains échantillons.

L'Annexe D propose une méthode de récupération de la matière grasse des échantillons alimentaires par extraction soxhlet, en utilisant un mélange de solvants.

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 Termes et définitions

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

3.1
teneur en hydrocarbures
somme des hydrocarbures aliphatiques saturés, exprimée en fraction massique et déterminée suivant la méthode spécifiée

3.2
mélange complexe non résolu
UCM
mélange complexe d'hydrocarbures saturés non résolu par chromatographie en phase gazeuse, représenté par un pic large, qui peut être dû à une contamination par une huile minérale

Note 1 à l'article: La largeur du pic est de 5 min à 15 min environ, selon les conditions de la chromatographie en phase gazeuse.

Note 2 à l'article: Voir les chromatogrammes concernés de l'Annexe A.

© ISO 2015 – Tous droits réservés