NORME INTERNATIONALE

ISO 18363-1

Première édition
2015-08-15

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 1: Méthode par transestérification alcaline rapide et mesure pour le 3-MCPD et par mesure différentielle pour le glycidol

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

Part 1: Method using fast alkaline transesterification and measurement for 3-MCPD and differential measurement for glycidol

Numéro de référence
ISO 18363-1:2015(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 **3**
5.1 Généralités 3
5.2 Composés étalons et composés de référence 3
5.3 Solvants 3
5.4 Autres réactifs 3
6 Appareillage **4**
7 Échantillon **4**
7.1 Échantillonnage 4
7.2 Préparation de l'échantillon pour essai 4
8 Mode opératoire **5**
8.1 Ajout d'étalon de substitution et homogénéisation 5
8.2 Clivage des esters et transformation du glycidol 5
8.3 Élimination des résidus de la matrice 5
8.4 Dérivatisation 5
8.5 Références relatives à la chromatographie en phase gazeuse/spectrométrie de masse (CPG/SM) 6
9 Expression des résultats **6**
10 Fidélité **8**
10.1 Essai interlaboratoires 8
10.2 Répétabilité 8
10.3 Reproductibilité 8
11 Rapport d'essai **8**
Annexe A (informative) **Résultats d'un essai interlaboratoires** **9**
Bibliographie **11**

© 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*.

L'ISO 18363 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *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 1: Méthode par transestérification alcaline rapide et mesure pour le 3-MCPD et par mesure différentielle pour le glycidol*

Les parties suivantes sont en cours de préparation:

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

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

 © ISO 2015 – Tous droits réservés

Introduction

L'ISO 18363 est un ensemble de Normes internationales pouvant être utilisé pour la détermination des esters de MCPD et de glycidol. Trois Normes internationales ont été proposées à ce sujet et une description fournie dans l'introduction peut être utilisée par l'analyste pour décider des méthodes appropriées à leur application. L'application détaillée de chaque méthode figure dans le domaine d'application de la méthode concernée.

La présente partie de l'ISO 18363 est une méthode différentielle équivalente à la norme C-VI 18 (10) de la DGF et identique à la méthode officielle Cd 29c-13 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 alcoolyse 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 acide 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. La présente partie de l'ISO 18363 est applicable à la détermination rapide des esters de 3-MCPD et de glycidol dans les corps gras d'origine végétale raffinés et non raffinés. La présente partie de l'ISO 18363 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 la norme 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, la présente partie de l'ISO 18363 peut également être modifiée de façon à permettre la détermination du 2-MCPD, mais une fois encore, une étude de validation doit être menée avant d'analyser cet analyte.

La deuxième partie des Normes internationales proposées pour la détermination des esters de MCPD et de glycidol correspond à la méthode officielle Cd 29b-13 de l'AOCS. 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-MBPD. La deuxième partie des Normes internationales proposées comprend deux préparations d'échantillons qui se distinguent par l'utilisation d'étalons internes. Les deux parties peuvent être 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 transformation 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 alcoolyse 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-MBPD 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. La deuxième partie des normes proposées est applicable 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. La deuxième partie des Normes internationales proposées 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 la norme

© ISO 2015 – Tous droits réservés

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.

La troisième partie des Normes internationales proposées pour la détermination des esters de MCPDet de glycidol correspond à la méthode officielle Cd 29a-13 de l'AOCS. En résumé, elle repose sur la transformation des esters de glycidol en esters de 3-MBPD et une libération lente par catalyse acide du MCPD et du MBPD à partir des formes esters. La troisième partie des Normes internationales proposées repose sur la préparation d'un échantillon unique dans lequel les esters de glycidol sont transformés en monoesters de MBPD puis les analytes libres de 2-MCPD, 3-MCPD et 3-MBPD sont libérés par alcoolyse lente en présence d'un catalyseur acide. Le 3-MBPD représente la véritable teneur en glycidol issu des formes esters. La troisième partie des Normes internationales proposées peut être appliquée pour la détermination des esters de 2-MCPD, 3-MCPD et de glycidol dans les corps gras d'origine végétale raffinés et non raffinés. La troisième partie des Normes internationales proposées 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. La méthode est adaptée à l'analyse d'analytes liés (estérifiés), mais si nécessaire, la troisième partie des Normes internationales proposées peut également être réalisée sans la transformation initiale des esters de glycidol. Dans cette configuration, les formes libres et liées du 2-MCPD et du 3-MCPD sont généralement toutes deux incluses dans les résultats et la teneur en analytes libres peut être calculée comme la différence entre deux déterminations réalisées dans les deux configurations. 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.

 © ISO 2015 – Tous droits réservés

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 1:
Méthode par transestérification alcaline rapide et mesure pour le 3-MCPD et par mesure différentielle pour le glycidol

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 18363 décrit un mode opératoire permettant la détermination indirecte des esters de 3-MCPD (ou 3-MCPD lié) et des éventuels 3-MCPD libres après clivage des esters par catalyse alcaline et dérivatisation à l'acide phénylboronique (PBA). La présente partie de l'ISO 18363 définit également la détermination indirecte des esters de glycidol (ou glycidol lié) en partant de l'hypothèse qu'aucune autre substance présente ne réagit, à température ambiante, avec le chlorure inorganique pour générer du 3-MCPD.

La présente partie de l'ISO 18363 est applicable aux corps gras solides et liquides. Le lait et les produits laitiers (ou les corps gras issus du lait et des produits laitiers) sont exclus du domaine d'application de la présente partie de l'ISO 18363.

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

3 Termes et définitions

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

3.1
3-MCPD lié
somme de tous les dérivés de 3-MCPD soumis à un clivage par alcoolyse en présence d'un catalyseur alcalin (notamment les esters d'acides gras) conformément à la méthode de référence

Note 1 à l'article: La teneur en 3-MCPD est calculée et consignée sous forme de fraction massique, exprimée en milligrammes par kilogramme (mg/kg).

Note 2 à l'article: Dans les corps gras, la teneur en 3-MCPD libre susceptible d'être trouvée est généralement très basse mais a une influence sur le résultat.

3.2
glycidol lié
somme de tous les dérivés de glycidol soumis à un clivage par alcoolyse en présence d'un catalyseur alcalin (notamment les esters d'acides gras) conformément à la norme spécifiée

Note 1 à l'article: La teneur en glycidol est calculée et consignée sous forme de fraction massique, exprimée en milligrammes par kilogramme (mg/kg).

© ISO 2015 – Tous droits réservés