

<p>NORME FRANÇAISE HOMOLOGUÉE</p>	<p>CORPS GRAS D'ORIGINES ANIMALE ET VÉGÉTALE PRÉPARATION DES ESTERS MÉTHYLIQUES D'ACIDES GRAS</p>	<p>NF T 60-233 Mai 1977</p>
<p style="text-align: center;">AVANT-PROPOS</p> <p style="text-align: center;"><i>La présente norme est en concordance technique avec le projet de norme internationale ISO/DIS 5509 et la méthode II.D.19. de l'Union Internationale de Chimie Pure et Appliquée (IUPAC).</i></p> <p style="text-align: center;">1 OBJET</p> <p>La présente norme décrit des méthodes de préparation des esters méthyliques d'acides gras à partir des corps gras d'origines animale et végétale.</p> <p>Les esters méthyliques ainsi obtenus sont destinés à être utilisés dans diverses méthodes d'analyse exigeant une telle transformation, par exemple les analyses par chromatographie en phase gazeuse, chromatographie en couche mince, spectrophotométrie infra-rouge...</p> <p style="text-align: center;">2 DOMAINE D'APPLICATION</p> <p>2.1 Les méthodes décrites dans les chapitres 4 et 5 sont applicables à la préparation des esters méthyliques des acides gras ayant 6 atomes de carbone ou plus, à partir de tous les types de corps gras et d'acides gras d'origines animale et végétale.</p> <p>La méthode générale utilisant le trifluorure de bore (chapitre 4) doit être utilisée de préférence pour la plupart des corps gras mais peut fournir des résultats erronés dans les cas suivants :</p> <ul style="list-style-type: none"> — composés à fonctions oxygénées secondaires (hydroxy, hydroperoxy, céto, époxy), — composés à fonction cyclopropanique et composés à fonction cyclopropénique, — composés polyinsaturés conjugués et composés acétyléniques, — cires, <p>Pour ces produits, il est préférable d'utiliser une des méthodes décrites au chapitre 5. Toutefois les corps gras contenant de telles fonctions en très faibles proportions (huile de coton par exemple) peuvent être analysés selon la méthode générale du chapitre 4).</p> <p>2.2 La méthode particulière décrite au chapitre 6 est applicable à la préparation des esters méthyliques des acides gras à 4 atomes de carbone ou plus à partir des corps gras neutres (indice d'acide inférieur à 2), principalement en vue de l'analyse par chromatographie en phase gazeuse.</p>		
<p>Homologuée par arrêté du 1977-04-29 J.O. du 1977-06-09</p>	<p>La présente norme remplace la partie correspondante de la norme expérimentale T 60-230 de janvier 1970</p>	<p>© AFNOR 1977 Droits de reproduction et de traduction réservés pour tous pays</p>

3 RÉFÉRENCE

NF T 60-200 Corps gras d'origines animale et végétale — Préparation de l'échantillon pour laboratoire en vue de l'analyse.

4 MÉTHODE GÉNÉRALE

4.1 PRINCIPE

Saponification des glycérides du corps gras, puis estérification des acides gras libérés en présence de trifluorure de bore.

4.2 RÉACTIFS

Les réactifs doivent être de qualité analytique et l'eau utilisée doit être de l'eau distillée ou de qualité équivalente.

4.2.1 Hydroxyde de sodium, solution méthanolique environ 0,5 N.

Dissoudre 2 g d'hydroxyde de sodium dans 100 ml de méthanol ne contenant pas plus de 0,5 % (m/m) d'eau. Lorsque la solution doit être utilisée pendant une période de temps assez longue, un peu de carbonate de sodium se forme (précipité blanc) ; celui-ci n'a aucune influence sur la préparation des esters méthyliques.

4.2.2 Trifluorure de bore, solution méthanolique de 12 à 15 % (m/m) (*), (voir 8.2).

Avertissement. — Le trifluorure de bore est un composé **toxique**. C'est pourquoi il n'est pas conseillé à l'analyste de préparer lui-même cette solution à partir de trifluorure de bore et de méthanol (voir 8.3).

4.2.3 Heptane pour chromatographie (voir 8.2 et 8.4).

4.2.4 Éther de pétrole, redistillé (intervalle d'ébullition 40-60 °C), indice de brome inférieur à 1, exempt de résidu, ou hexane (voir 8.2).

4.2.5 Sulfate de sodium, anhydre.

4.2.6 Chlorure de sodium, solution aqueuse saturée.

4.2.7 Rouge de méthyle, solution éthanolique à 1 g/l dans l'éthanol à 60 % (V/V).

4.2.8 Azote, contenant moins de 5 mg/kg d'oxygène.

4.3 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et notamment :

4.3.1 Ballons à fond rond, de 50 ou de 100 ml, à col rodé.

4.3.2 Réfrigérant droit, à reflux, de 20 à 30 cm de longueur, avec joint rodé adaptable sur le ballon (4.3.1).

4.3.3 Régularisateur d'ébullition, exempt de matières grasses.

(*) Des solutions à 14 et 50 % existent dans le commerce.

- 4.3.4** **Pipette graduée**, d'une capacité au moins égale à 10 ml et munie d'une poire pour pipette, ou pipette automatique.
- 4.3.5** **Tubulure**, pour barbotage d'azote.
- 4.3.6** **Tube à essais**, muni d'un joint rodé et d'un bouchon rodé adapté.
- 4.3.7** **Ampoule à décanter** de 250 ml.

4.4 **MODE OPÉRATOIRE**

Par suite des propriétés toxiques du trifluorure de bore, les opérations suivantes seront de préférence effectuées sous une hotte ventilée. Toute la verrerie doit être lavée à l'eau **immédiatement après emploi**.

4.4.1 **Préparation de l'échantillon pour essai**

L'échantillon pour essai doit être sec et limpide. En conséquence, opérer selon la norme **NF T 60-200**, mais en chauffant l'échantillon juste au-dessus de son point de fusion.

4.4.2 **Prise d'essai**

Une pesée précise n'est pas nécessaire. L'importance de la prise d'essai a seulement besoin d'être connue pour choisir la taille du ballon (4.3.1) et les quantités de réactifs à utiliser selon le tableau suivant :

Prise d'essai mg	Capacité du ballon (4.3.1) ml	Solution NaOH (4.2.1) ml	Solution de BF₃ (4.2.2) ml
100 — 250	50	4	5
250 — 500	50	6	7
500 — 750	100	8	9
750 — 1 000	100	10	12

Dans le cas où les esters méthyliques sont destinés à l'analyse par chromatographie en phase gazeuse, la prise d'essai doit être de préférence d'environ 350 mg.

Si elle est plus faible il y a lieu de prendre des précautions pour que l'échantillon prélevé soit représentatif (voir 8.5).

4.4.3 **Saponification** (voir note 8.1)

Introduire la prise d'essai dans le ballon approprié (voir 4.4.2). Ajouter la quantité prescrite de la solution méthanolique d'hydroxyde de sodium (voir 4.4.2) et un régularisateur d'ébullition (4.3.3). Adapter le réfrigérant (4.3.2) sur le ballon.

NOTE : En présence d'huiles ou d'acide gras contenant des acides à plus de deux doubles liaisons, il est recommandé d'éliminer l'air contenu dans la solution méthanolique et le ballon par barbotage d'azote dans la solution pendant quelques minutes.

Porter à l'ébullition à reflux jusqu'à disparition des gouttelettes de matière grasse (cette opération dure en général 5 à 10 min, mais dans certains cas exceptionnels peut demander plus de temps).