

Zeitschrift: Mitteilungen aus dem Gebiete der Lebensmitteluntersuchung und Hygiene = Travaux de chimie alimentaire et d'hygiène

Herausgeber: Bundesamt für Gesundheit

Band: 71 (1980)

Heft: 1

Artikel: Détermination de la matière grasse dans les produits alimentaires par résonance magnétique nucléaire (RMN) pulsée

Autor: Lambelet, P.

DOI: <https://doi.org/10.5169/seals-983508>

Nutzungsbedingungen

Die ETH-Bibliothek ist die Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften. Sie besitzt keine Urheberrechte an den Zeitschriften und ist nicht verantwortlich für deren Inhalte. Die Rechte liegen in der Regel bei den Herausgebern beziehungsweise den externen Rechteinhabern. [Siehe Rechtliche Hinweise.](#)

Conditions d'utilisation

L'ETH Library est le fournisseur des revues numérisées. Elle ne détient aucun droit d'auteur sur les revues et n'est pas responsable de leur contenu. En règle générale, les droits sont détenus par les éditeurs ou les détenteurs de droits externes. [Voir Informations légales.](#)

Terms of use

The ETH Library is the provider of the digitised journals. It does not own any copyrights to the journals and is not responsible for their content. The rights usually lie with the publishers or the external rights holders. [See Legal notice.](#)

Download PDF: 14.03.2025

ETH-Bibliothek Zürich, E-Periodica, <https://www.e-periodica.ch>

P. Lambelet, Société d'assistance technique pour produits Nestlé SA, La Tour-de-Peilz

Détermination de la matière grasse dans les produits alimentaires par résonance magnétique nucléaire (RMN) pulsée*

Introduction

Un produit alimentaire contient principalement, hormis l'eau, des protéines, des glucides et des lipides.

Un léger chauffage du produit (p. ex. 40 °C pour les chocolats) fait fondre les lipides et laisse les autres constituants sous forme solide, donnant ainsi la possibilité de doser les lipides par résonance magnétique nucléaire (RMN) (1—4).

Principe de l'analyse

Un échantillon contenant des atomes d'hydrogène est susceptible d'absorber de l'énergie lorsqu'il est soumis à 2 champs perpendiculaires, l'un électrique et l'autre magnétique.

En régime pulsé, le champ électrique n'agit que pendant un laps de temps très court (pulse); l'échantillon absorbe ainsi une certaine quantité d'énergie et passe dans un état appelé «excité».

Dans le cas d'un échantillon contenant une fraction solide et une fraction liquide, le retour à l'état d'équilibre ou relaxation se présente sous la forme illustrée à la figure 1.

Les noyaux d'hydrogène (ou protons) de la partie solide se relaxent très rapidement alors que pour ceux de la partie liquide, le processus de relaxation est beaucoup plus long (5).

Ceci permet de déterminer quantitativement les fractions solide et liquide d'un échantillon. En effet, le signal RMN mesuré après le pulse est proportionnel à la quantité totale d'échantillon (partie solide plus partie liquide) alors que le signal pris un peu plus tard, en particulier 70 μ s après le pulse, est proportionnel à la partie liquide seule: le rapport de ces 2 signaux est donc une mesure de la fraction liquide de l'échantillon.

* Présenté comme poster.

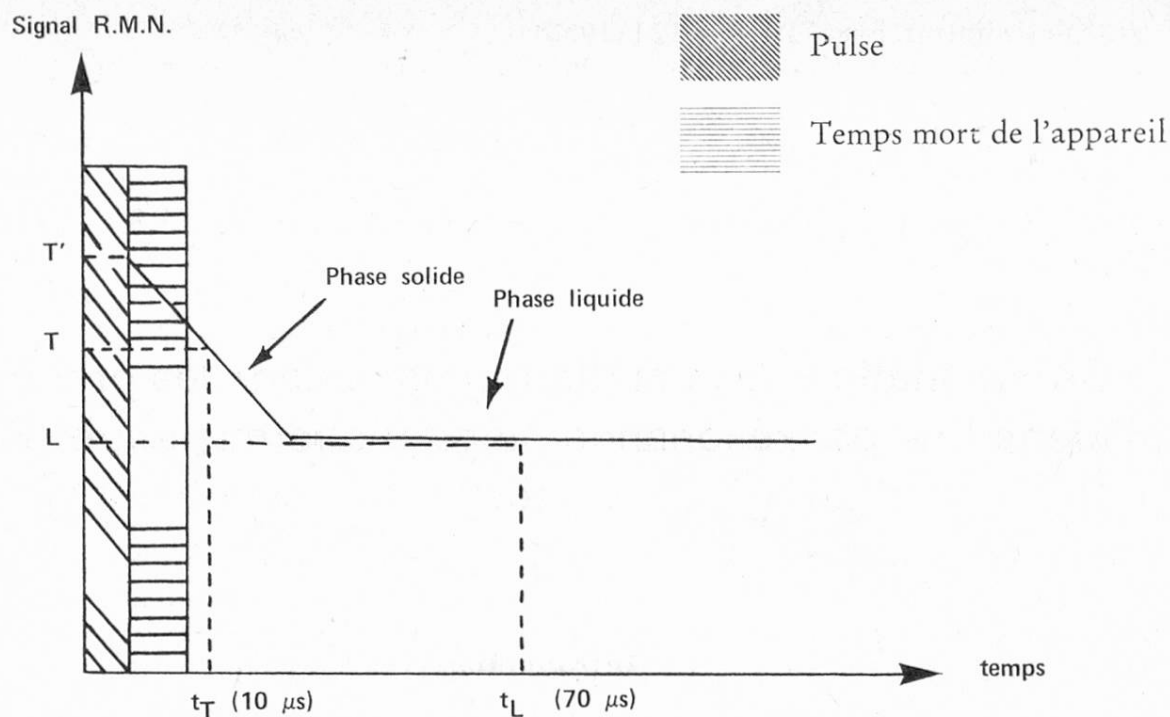


Fig. 1. Schéma de relaxation d'un échantillon contenant une fraction liquide et une fraction solide

En pratique, à cause du temps mort de l'appareil faisant suite au pulse, le signal RMN ne peut être enregistré au tout début de la relaxation. Il est donc mesuré 10 μs après le pulse et multiplié par un facteur F déterminé empiriquement pour obtenir le signal théorique cherché.

$$M. G. (\%) = \frac{L}{T \cdot F} \cdot 100$$

L : Signal (RMN) mesuré à 70 μs (fraction liquide)

T : Signal (RMN) mesuré à 10 μs

F : Facteur empirique de correction

Les mesures ont été faites avec un appareil Bruker Minispec p 20i, version industrielle du p20 (6).

Résultats

Produits déshydratés

L'analyse de la matière grasse par RMN a été testée sur les produits déshydratés suivants:

- chocolats noirs, blancs et au lait
- poudres de cacao
- fromages
- poudres de lait et farines lactées
- produits à base de soja

Les résultats obtenus par résonance magnétique nucléaire pulsée sont en bon accord avec ceux déterminées par une méthode standard (7) (extraction suivie

d'une pesée); la différence entre les résultats provenant des 2 méthodes est presque toujours inférieure à 1 unité, étant en moyenne égale à 0,4 unité (voir fig. 2 et 3).

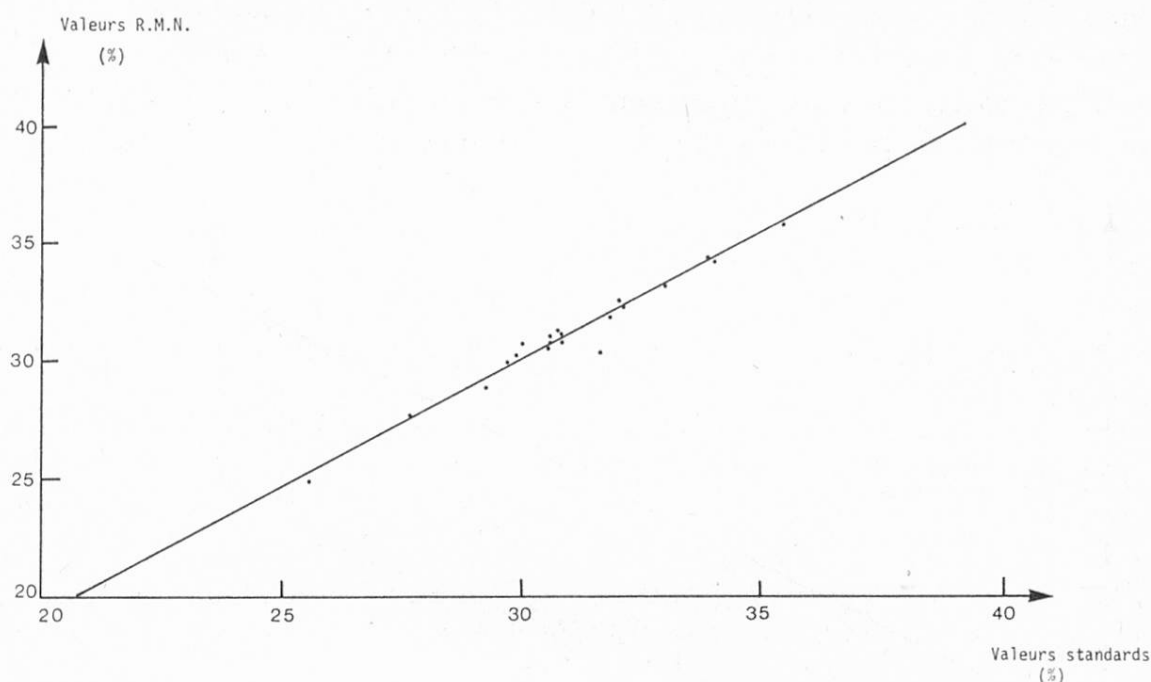


Fig. 2. Détermination de graisse dans les chocolats

Comparaison entre méthode standard et méthode RMN (facteur de correction $F = 2,60$)

Nombre d'échantillons examinés	$n = 19$
Coefficient de corrélation de la droite de régression	$R^2 = 0,987$
Déviatoin standard	$s_{xy} = 0,28$

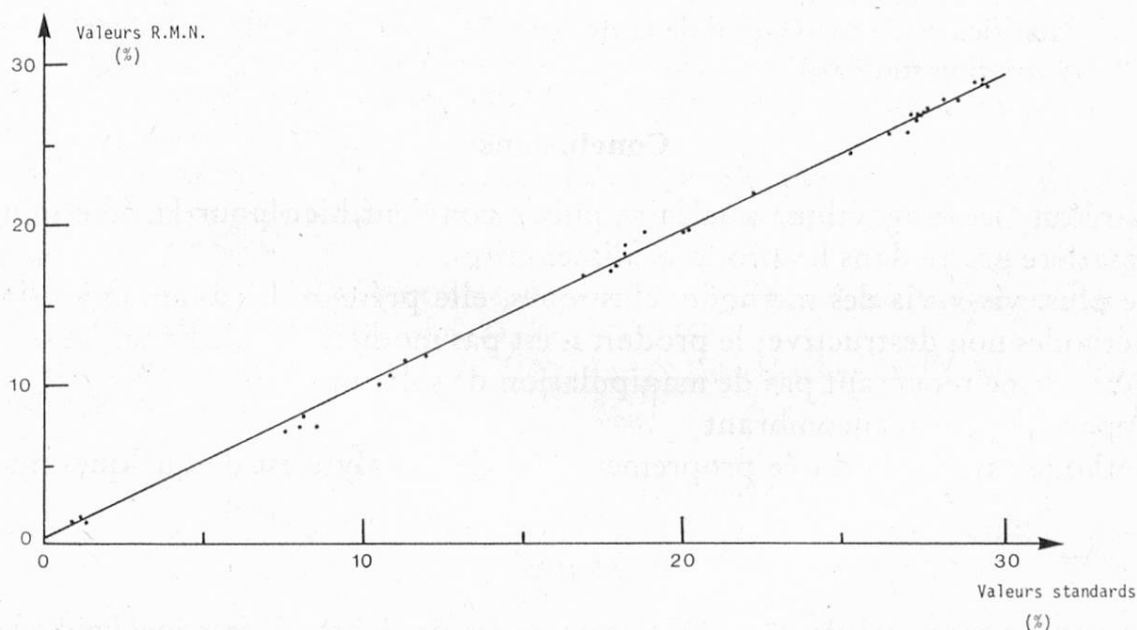


Fig. 3. Détermination de graisse dans les poudres de lait et farines lactées déshydratées
Comparaison entre méthode standard et méthode RMN (facteur de correction $F = 2,40$)

Nombre d'échantillons examinés	$n = 34$
Coefficient de corrélation de la droite de régression	$R^2 = 0,998$
Déviatoin standard	$s_{xy} = 0,39$

Influence de l'eau

L'eau, lorsqu'elle est présente en faible quantité, se trouve, non pas sous forme libre, mais sous forme liée. Dans ce cas, elle ne fait pas partie de la fraction liquide du produit et ne perturbe donc pas la détermination de la matière grasse par RMN.

Ainsi, parmi les produits cités, ceux contenant moins de 4% d'eau environ peuvent être analysés par RMN sans être préalablement séchés (voir fig. 4.)

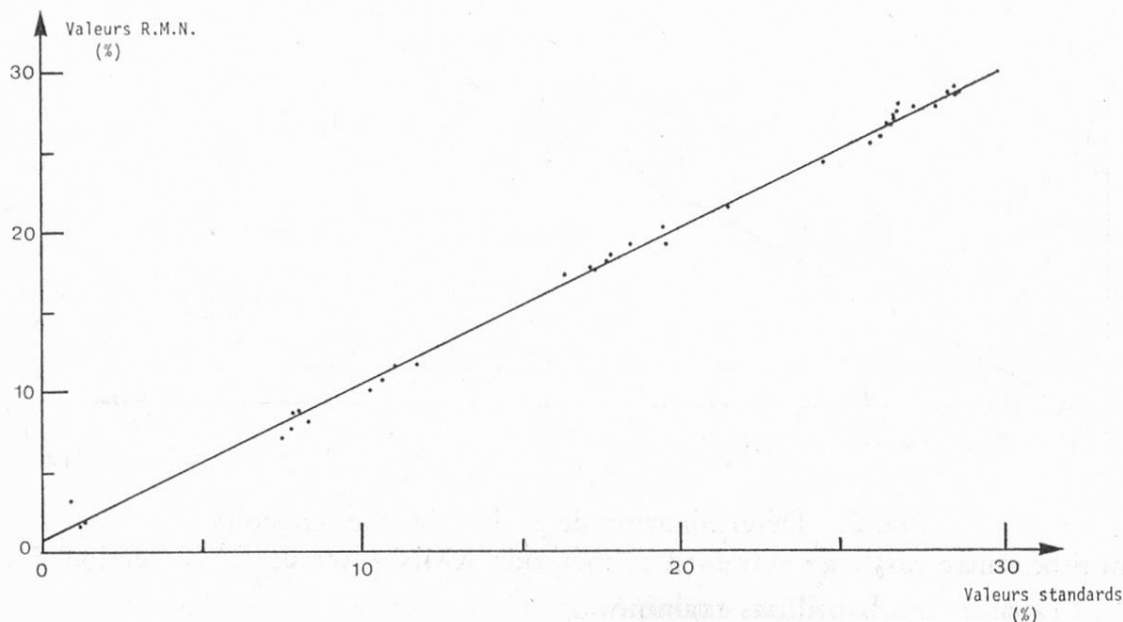


Fig. 4. Détermination de graisse dans les poudres de lait et farines lactées non déshydratées. Comparaison entre méthode standard et méthode RMN (facteur de correction $F = 2,40$)

Nombre d'échantillons examinés	$n = 34$
Coefficient de corrélation de la droite	$R^2 = 0,997$
Déviatoin standard	$s_{xy} = 0,52$

Conclusions

La résonance magnétique nucléaire pulsée convient bien pour la détermination de la matière grasse dans les produits alimentaires.

De plus, vis-à-vis des méthodes classiques, elle présente les avantages suivants:

- Méthodes non destructive: le produit n'est pas modifié lors de l'analyse
- Méthode ne requérant pas de manipulation de solvant
- Appareillage peu encombrant
- Méthode rapide: la durée proprement dite de l'analyse est de quelques minutes.

Résumé

A basse température (de 20 à 40°C suivant les produits), la fraction lipidique d'un produit alimentaire déshydraté représente la partie liquide de ce dernier; elle pourra ainsi être déterminée quantitativement par résonance magnétique nucléaire (RMN).

De plus, l'eau lorsqu'elle est présente en faible quantité (moins de 4% environ) se trouve sous forme liée et ne perturbe donc pas la détermination de la matière grasse par RMN.

Zusammenfassung

Bei niedriger Temperatur (von 20—40 °C je nach Produkt) ist die Fettfraktion eines dehydratisierten Produktes flüssig, sie kann somit quantitativ durch Kernresonanz bestimmt werden.

Wasser, welches in geringen Mengen (weniger als 4%) in gebundener Form enthalten ist, stört die Bestimmung des Fettgehaltes nicht.

Summary

At low temperature (from 20 to 40 °C depending on the products), the lipid fraction of a dehydrated food product corresponds to its liquid part and accordingly it can be determined by nuclear magnetic resonance (NMR) spectroscopy.

Furthermore, water when present in a small amount (below 4%) is almost in a bound state and does not interfere in the fat determination by NMR spectroscopy.

Bibliographie

1. *Madson, E.*: Nuclear magnetic resonance spectrometry as a quick method of determination of oil content in rapeseed. *J. Am. Oil Chem. Soc.* **53**, 467—469 (1976).
2. *Moisio, T., Timonen, E. and Kreula, M.*: A rapid method for the determination of the dry matter and fat content of cheese and processed cheese. *Milchwissenschaft* **27**, 73—75 (1972).
3. *Kern, P., Sieber R. und Rüst, P.*: Versuche zur Bestimmung des Fett- und Wassergehaltes in Käse unter Verwendung eines Kernresonanzgerätes für die Fettbestimmung. *Schweiz. Milchw. Forsch.* **3**, 6—8 (1974).
4. *Wiggall, P. H., Ince, A. D. and Walker, E.*: The rapid determination of fat in chocolate and related products using low resolution nuclear magnetic resonance. *J. Food Technol.* **5**, 353—362 (1970).
5. *Tiwari, P. N., Gambhir, P. N. and Rajan, T. S.*: Rapid and nondestructive determination of seed oil by pulsed nuclear magnetic resonance technique. *J. Am. Oil Chem. Soc.* **51**, 104—109 (1974).
6. *Black, R. G.*: Pulsed NMR spectrometer — A new analytical instrument in dairy technology. *Australian J. Dairy. Techn.* **31**, 8—11 (1976).
7. *Schweiz. Lebensmittelbuch*, Bd. 2, 1/20. Eidg. Drucksachen- und Materialzentrale, Bern 1969.

P. Lambelet
Société d'assistance technique
pour produits Nestlé SA
Case postale 88
CH-1814 La Tour-de-Peilz