

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

Herausgeber: Bundesamt für Gesundheit

Band: 89 (1998)

Heft: 1

Artikel: Analyse des triglycérides. Partie I, Optimisation et validation d'une méthode GC rapide et application à diverses graisses végétales et animales = Analysis of triglycerides. Part I, Optimisation and validation of a rapid GC method and application to dif...

Autor: Collomb, Marius / Spahni, Monika / Bühler, Tina

DOI: <https://doi.org/10.5169/seals-983133>

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: 04.05.2025

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

Analyse des triglycérides

I. Optimisation et validation d'une méthode GC rapide et application à diverses graisses végétales et animales

Analysis of Triglycerides. I. Optimisation and Validation of a Rapid GC Method and Application to Different Vegetable and Animal Fats

Key words: Triglyceride, Analysis, Fat, Gaschromatography

Marius Collomb, Monika Spahni et Tina Bühler
Station fédérale de recherches laitières, Liebefeld-Berne

Introduction

Le dosage de la composition en triglycérides (TG) des graisses revêt une importance de plus en plus grande pour déterminer la teneur en graisses non laitières dans la graisse de lait de vache. *Collomb* et *Spahni* (1) ont passé en revue les différentes méthodes de dosage de ces aduultérations. *Lipp* (2) a récemment réévalué les méthodes d'analyse des TG dans la graisse de lait de vache. Selon ces auteurs, la détermination de la composition en TG par chromatographie gaz liquide représente la méthode de choix pour déceler des aduultérations de la graisse de lait de vache par des graisses végétales et animales différentes (3–15). La méthode de *Precht* et al. (9, 14) a fait l'objet de normes allemande (16) et européennes (17, 18). Pour un tel dosage, on optimise en général les conditions d'analyse (longueur de la colonne, flux etc.) pour séparer des groupes de glycérides de même nombre d'atomes de carbone acylés. Dans la graisse de lait de vache, on sépare environ 20 mélanges de glycérides sur les 1300 TG qui existent (19).

Le but du présent travail est d'optimiser une méthode de dosage des glycérides par chromatographie gaz liquide. Par rapport à la méthode selon *Precht* (9, 14), les modifications apportées consistent à utiliser une colonne capillaire courte et peu onéreuse avec une injection «on column». La colonne courte permet de réduire le temps d'analyse et le taux de décomposition présumé sur la colonne à haute température. Cette méthode a été validée conformément à la norme européenne 45001.

Partie expérimentale

Réactifs

Le n-heptane, de qualité LiChrosolv a été livré par Merck à Dietikon. Les composés suivants ont été utilisés comme standards (la nomenclature correspond à celle indiquée dans les répertoires des fournisseurs; le nombre d'atomes de carbone mentionné dans les parenthèses n'inclut pas ceux du glycérol): le cholestérol, la tricapyline (C24), la tricaprine (C30), le 1,2-dimyristoyl-3-lauroyl-rac-glycérol (C40) proviennent de Sigma (Buchs). Les glycérides trilaurine (C36), 1,2-caprine-3-stéarine (C38), trimyristine (C42), 1,2-myristine-3-palmitine (C44), 1,3-palmitine-2-myristine (C46), tripalmitine (C48), 1,2-palmitine-3-stéarine (C50), 1,2-stéarine-3-palmitine (C52), tristéarine (C54) ont été fournis par Larodan, Socchim (Lausanne).

Solution des glycérides précités

Peser dans un ballon jaugé de 200 ml env. 100 mg de TG à courtes, moyennes et longues chaînes (C 24, 30, 36, 38, 40, 42, 44, 46, 48, 50, 52 et 54) ainsi que de cholestérol. Compléter au trait de jauge avec de l'heptane (éventuellement en chauffant sous eau tiède pour dissoudre tous les glycérides). Diluer 1 ml de cette solution dans le rapport 1 : 20 (v:v) avec de l'heptane et injecter 0,5 µl de cette solution, ce qui correspond à 12,5 ng par composant pour une pesée de 100,00 mg.

Remarque

On peut également employer le «kit» C36-C54 Kit Tri-10 (Sigma, Buchs) qui contient de la trilaurine (C36), du 1,2-dilauroyl-3-myristoyl-rac-glycérol (C38), du 1,2-dimyristoyl-3-lauroyl-rac-glycérol (C40), de la trimyristine (C42), du 1,2-dimyristoyl-3-palmitoyl-rac-glycérol (C44), du 1,2-dipalmitoyl-3-myristoyl-rac-glycérol (C46), de la tripalmitine (C48), du 1,2-distéaroyl-3-myristoyl-rac-glycérol (C50), du 1,2-distéaroyl-3-palmitoyl-rac-glycérol (C52), de la tristéarine (C54) à raison de 50 mg par composant.

Solution de glycérides à partir du «kit»

Peser env. 50 mg de chaque composant dans un ballon jaugé de 100 ml. Compléter au trait de jauge avec de l'heptane. Diluer 1 ml de cette solution dans le rapport 1 : 20 (v:v) avec de l'heptane et injecter 0,5 µl de cette solution, ce qui correspond à nouveau à 12,5 ng par composant pour une pesée de 50,00 mg.

On a utilisé une graisse de référence pour le premier calibrage et une graisse de contrôle pour les calibrages ultérieurs.

Graisse de référence

Graisse IRMM (Institute for Reference Materials and Measurements, Geel, Belgique) no 519.

Graisse de contrôle

La graisse de contrôle (exempte de graisses étrangères) est préparée à partir de beurre filtré sur filtre hydrophobe à env. 50 °C dans une étuve (20). Cette graisse, maintenue à env. 50 °C, est soigneusement mélangée puis répartie en petites portions dans des flacons étanches qui sont entreposés dans un congélateur à env. -20 °C. La graisse décongelée et réchauffée à 50 °C avant emploi ne sera utilisée qu'une seule fois.

Appareillage

Armoire à sécher, environ 50 °C. Balance de précision, résolution 1 mg. Filtres hydrophobes 597 hy ½, Schleicher Schüll (Feldbach). Verres à peser, forme bateau. Tubes à essai de 10 ml avec fermetures à vis, munies de septa en téflon. Seringue pour passeur d'échantillons p. ex. 5 µl HP 5181-0836 avec aiguille interchangeable, pour injection on column dans colonnes capillaires de 0,32 mm de diamètre, Hewlett Packard. Fioles de 2 ml pour passeur d'échantillons, p. ex. Crimp top vial 2-CV et bouchons pour fioles, p. ex. Crimp cap 11-AC-TST 1, Infochroma (Zoug). Agitateur pour éprouvettes, p. ex. Vortex. Dispenseur pour le dosage de l'heptane. Capilettor 5 et 20 µl, Boehringer Mannheim (Rotkreuz). Pipette de 1 ml et ballons jaugés de 10, 20 et 200 ml. Colonne capillaire J + W DB5-HT, 3,5 m * 0,32 mm d.i., épaisseur de film 0,10 µm, domaine de température: -60 à 400 °C. Chromatographe en phase gazeuse HP 6890 avec détecteur FID, passeur d'échantillons HP 7673 et logiciel d'évaluation des données HP 3365 Chem Station Upgrade, Hewlett Packard.

Origine des échantillons

Les échantillons de graisses végétales et animales ont été mis à disposition par les maisons *Florin à Bâle*, *Morgia à Lyss* et *Sabo à Manno*. Pour chaque graisse ou huile, on a prélevé 35 échantillons provenant de 35 mélanges différents. L'huile de colza, le saindoux et le suif de bœuf proviennent de diverses régions de Suisse. Les mélanges d'huile de tournesol proviennent surtout d'Argentine et de Hongrie, ceux de soja, du Brésil et des USA, ceux de palme, de Malaisie et ceux de coprah, des Philippines. Quant aux beurres, ce sont des échantillons prélevés durant différentes saisons dans l'ensemble de la Suisse.

Préparation des échantillons

Peser env. 0,1 g de graisse dans un tube à essai de 10 ml. Ajouter 5 ml d'heptane et mélanger à l'aide d'un vibreur. Pipeter 20 µl (pour la graisse laitière) respectivement 5 µl (pour les graisses végétales et animales) de cette solution dans une fiole de 2 ml du passeur d'échantillons contenant 1 ml d'heptane. Fermer la fiole, l'agiter et injecter 0,5 µl de la solution finale.

Conditions chromatographiques

Gaz porteur : hélium. Pression à l'entrée de la colonne: 16 kPa (3,0 ml/min, 68 cm/s); injecteur: on column, mode «track oven»: la température est toujours 3 °C plus élevée que la température du four; détecteur: FID, 390 °C; programme de température: 80 °C, 1 min, rampe de 40 °C/min jusqu'à 175 °C, rampe de 30 °C jusqu'à 350 °C, 3 min à 350 °C. Chauffer encore 2 min avec le programme final «post run» à 380 °C; volume injecté: 0,5 µl (seringue de 5 µl).

Résultats et discussion

Optimisation des conditions chromatographiques et détermination des facteurs de correction

Les conditions chromatographiques ont été optimisées par injection d'une solution de graisse de lait (graisse de contrôle). Les pics du TG C24 et du cholestérol doivent être séparés jusqu'à la ligne de base. On a adapté les conditions (surtout la longueur de la colonne) de façon à ne pas séparer les groupes de glycérides de même nombre de carbone acylés, ce qui se remarque à la décomposition des pics en une série de chevauchements. Les facteurs de correction ont été déterminés à l'aide de la graisse de référence IRMM (injection à triple). Un tel calibrage primaire permet d'harmoniser les résultats analytiques entre laboratoires. Immédiatement après ce calibrage, avec les mêmes conditions chromatographiques, la graisse de contrôle est injectée 5 fois de suite. Les teneurs en TG de cette dernière sont alors calculées sur la base des facteurs de correction obtenus avec la graisse de référence. On emploiera cette graisse de contrôle pour les calibrages secondaires ultérieurs. Une des solutions de triglycérides précités (cf. § Réactifs) peut être utilisée pour la reconnaissance des composés grâce à leur temps de rétention.

Remarque

Il est préférable de calibrer avec une solution de graisse plutôt qu'avec la solution de TG du commerce en raison des pics des TG impairs apparaissant en tant qu'épaules après les pics des TG pairs sur le chromatogramme des graisses.

Calculs

Les TG C24 à C54 y compris le cholestérol*, sont normés par rapport à leur somme (méthode de normalisation en % relatif). Les concentrations relativement

* Le cholestérol est intégré avec les TG selon *Precht* (16) dans le but de pouvoir utiliser les équations qu'il a développé pour la détermination des graisses étrangères dans la graisse de lait.

faibles des TG à nombre d'atomes de carbone impair qui apparaissent après chaque pic principal des TG pairs sont intégrés avec les TG pairs précédents, soit ceux qui ont un atome de carbone en moins.

Calculs des facteurs de correction

$$Kf_i = \frac{M_i \cdot \sum S_i}{\sum M_i \cdot S_i}$$

- Kf_i = Facteur de correction du TG_i
 M_i = Masse du TG_i de la graisse de contrôle
 $\sum M_i$ = Somme des masses des composants
 S_i = Surface du pic du TG_i
 $\sum S_i$ = Somme des surfaces des pics du TG_i

Calcul de la composition en TG des échantillons inconnus

$$gTG / 100gTG = \frac{(Kf_i \cdot S_i)}{\sum (Kf_i \cdot S_i)} \cdot 100$$

Composition relative en triglycérides de diverses graisses

Les tableaux 1 à 8 présentent les compositions en triglycérides de diverses graisses végétales et animales et les figures 1 à 8, leurs chromatogrammes correspondants.

On constate que quelques TG du beurre (tableau 1) présentent un coefficient de variation sensiblement plus élevé que les autres TG. Il s'agit surtout des TG C54 (cv \cong 19%), C52 (cv \cong 11%), éventuellement du C34 (cv \cong 8%) qui pourraient être liés à l'affouragement du bétail (21).

Validation de la méthode

Contrôle de la précision de la méthode

Le tableau 9 présente les moyennes, les écarts-types (s_x) et les coefficients de variation (cv %) obtenus à partir d'une série de 10 injections de la même graisse de lait.

On constate que les coefficients de variation se situent en dessous de 1% sauf pour les TG présents en faibles concentrations. Pour les autres graisses analysées dans ce travail, on remarque que l'écart-type est relativement constant pour tous les TG (de l'ordre de 0,6% relatif) ce qui se traduit ainsi: plus le pic est important, plus le coefficient de variation est faible. Il peut ainsi varier de 1% à 42%.

Tableau 1. Composition relative en triglycérides (%) de beurres suisses ($n = 35$)

| Triglycéride | Minimum | Moyenne | Médiane | Maximum | Ecart-type | Coeff. de variation (%) |
|--------------|---------|---------|---------|---------|------------|-------------------------|
| C 24 | 0,05 | 0,05 | 0,05 | 0,08 | < 0,01 | < 20 |
| Cholestérol | 0,29 | 0,32 | 0,32 | 0,35 | 0,01 | 3,13 |
| C 26 | 0,22 | 0,26 | 0,26 | 0,28 | 0,01 | 3,85 |
| C 28 | 0,51 | 0,61 | 0,62 | 0,65 | 0,03 | 4,92 |
| C 30 | 0,96 | 1,21 | 1,22 | 1,29 | 0,06 | 4,96 |
| C 32 | 2,06 | 2,58 | 2,59 | 2,80 | 0,16 | 6,20 |
| C 34 | 5,14 | 6,12 | 5,90 | 6,78 | 0,46 | 7,52 |
| C 36 | 9,91 | 11,07 | 10,65 | 12,13 | 0,71 | 6,41 |
| C 38 | 12,25 | 12,66 | 12,64 | 13,05 | 0,20 | 1,58 |
| C 40 | 9,34 | 9,86 | 9,97 | 10,34 | 0,34 | 3,45 |
| C 42 | 5,99 | 6,90 | 6,96 | 7,24 | 0,27 | 3,91 |
| C 44 | 5,29 | 6,33 | 6,30 | 6,87 | 0,41 | 6,48 |
| C 46 | 6,28 | 7,09 | 6,99 | 7,64 | 0,36 | 5,08 |
| C 48 | 8,45 | 8,81 | 8,79 | 9,28 | 0,25 | 2,84 |
| C 50 | 10,41 | 10,95 | 10,95 | 12,14 | 0,38 | 3,47 |
| C 52 | 8,50 | 10,14 | 10,48 | 13,02 | 1,08 | 10,65 |
| C 54 | 3,75 | 5,05 | 5,45 | 6,91 | 0,96 | 19,01 |

Tableau 2. Composition relative (%) en triglycérides de l'huile de tournesol ($n = 35$)

| Triglycéride | Minimum | Moyenne | Médiane | Maximum | Ecart-type | Coeff. de variation (%) |
|--------------|---------|---------|---------|---------|------------|-------------------------|
| C 50 | 1,37 | 1,59 | 1,56 | 2,10 | 0,16 | 10,06 |
| C 52 | 17,28 | 17,69 | 17,62 | 18,61 | 0,34 | 1,92 |
| C 54 | 71,89 | 73,71 | 73,59 | 76,15 | 0,84 | 1,14 |
| C 56 | 2,89 | 4,24 | 4,27 | 4,99 | 0,38 | 8,96 |
| C 58 | 1,51 | 2,77 | 2,91 | 3,55 | 0,52 | 18,77 |

Tableau 3. Composition relative (%) en triglycérides de l'huile de colza ($n = 35$)

| Triglycéride | Minimum | Moyenne | Médiane | Maximum | Ecart-type | Coeff. de variation (%) |
|--------------|---------|---------|---------|---------|------------|-------------------------|
| C 50 | 1,33 | 1,96 | 2,02 | 2,65 | 0,34 | 17,35 |
| C 52 | 14,76 | 15,68 | 15,61 | 17,37 | 0,71 | 4,53 |
| C 54 | 71,49 | 73,87 | 73,97 | 75,58 | 1,09 | 1,48 |
| C 56 | 5,99 | 6,44 | 6,44 | 6,98 | 0,27 | 4,19 |
| C 58 | 1,49 | 2,05 | 1,96 | 2,89 | 0,34 | 16,59 |

Tableau 4. Composition relative (%) en triglycérides de l'huile de palme ($n = 35$)

| Triglycéride | Minimum | Moyenne | Médiane | Maximum | Ecart-type | Coeff. de variation (%) |
|--------------|---------|---------|---------|---------|------------|-------------------------|
| C 46 | 0,75 | 0,92 | 0,92 | 1,21 | 0,11 | 11,96 |
| C 48 | 7,57 | 9,07 | 8,94 | 11,63 | 0,94 | 10,36 |
| C 50 | 36,08 | 38,02 | 38,08 | 38,90 | 0,66 | 1,74 |
| C 52 | 38,31 | 39,96 | 40,01 | 41,59 | 0,80 | 2,00 |
| C 54 | 11,02 | 12,03 | 12,01 | 13,18 | 0,44 | 3,66 |

Tableau 5. Composition relative (%) en triglycérides de l'huile de soja ($n = 35$)

| Triglycéride | Minimum | Moyenne | Médiane | Maximum | Ecart-type | Coeff. de variation (%) |
|--------------|---------|---------|---------|---------|------------|-------------------------|
| C 50 | 3,23 | 3,63 | 3,60 | 4,14 | 0,20 | 5,51 |
| C 52 | 26,34 | 27,84 | 27,71 | 29,76 | 0,89 | 3,20 |
| C 54 | 63,01 | 64,12 | 64,06 | 65,94 | 0,64 | 1,00 |
| C 56 | 3,11 | 4,41 | 4,39 | 5,75 | 0,66 | 14,97 |

Tableau 6. Composition relative (%) en triglycérides de la graisse de coprah ($n = 35$)

| Triglycéride | Minimum | Moyenne | Médiane | Maximum | Ecart-type | Coeff. de variation (%) |
|--------------|---------|---------|---------|---------|------------|-------------------------|
| C 26 | 0,31 | 0,57 | 0,55 | 0,91 | 0,12 | 21,05 |
| C 28 | 0,77 | 1,05 | 1,03 | 1,23 | 0,10 | 9,52 |
| C 30 | 3,08 | 3,30 | 3,32 | 3,47 | 0,10 | 3,03 |
| C 32 | 11,65 | 12,44 | 12,42 | 12,98 | 0,28 | 2,25 |
| C 34 | 15,32 | 16,22 | 16,26 | 16,79 | 0,34 | 2,10 |
| C 36 | 17,96 | 18,70 | 18,78 | 19,07 | 0,25 | 1,34 |
| C 38 | 16,25 | 16,76 | 16,72 | 17,27 | 0,22 | 1,31 |
| C 40 | 9,99 | 10,45 | 10,47 | 10,83 | 0,23 | 2,20 |
| C 42 | 7,13 | 7,37 | 7,35 | 7,73 | 0,15 | 2,04 |
| C 44 | 4,03 | 4,17 | 4,16 | 4,34 | 0,08 | 1,92 |
| C 46 | 2,32 | 2,43 | 2,43 | 2,54 | 0,06 | 2,47 |
| C 48 | 1,92 | 2,05 | 2,04 | 2,27 | 0,10 | 4,88 |
| C 50 | 1,22 | 1,48 | 1,37 | 2,04 | 0,25 | 16,89 |
| C 52 | 1,03 | 1,62 | 1,54 | 2,66 | 0,39 | 24,07 |
| C 54 | 0,81 | 1,39 | 1,24 | 2,97 | 0,52 | 37,41 |

Tableau 7. Composition relative (%) en triglycérides du saindoux ($n = 35$)

| Triglycéride | Minimum | Moyenne | Médiane | Maximum | Ecart-type | Coeff. de variation (%) |
|--------------|---------|---------|---------|---------|------------|-------------------------|
| C 44 | 0,11 | 0,26 | 0,24 | 0,68 | 0,11 | 42,31 |
| C 46 | 0,50 | 0,80 | 0,76 | 1,41 | 0,20 | 25,00 |
| C 48 | 2,29 | 2,99 | 2,89 | 4,82 | 0,50 | 16,72 |
| C 50 | 13,62 | 14,65 | 14,58 | 16,65 | 0,57 | 3,89 |
| C 52 | 51,79 | 56,17 | 56,41 | 58,74 | 1,39 | 2,47 |
| C 54 | 21,47 | 22,66 | 22,47 | 24,55 | 0,82 | 3,62 |
| C 56 | 2,07 | 2,48 | 2,49 | 2,79 | 0,18 | 7,26 |

Tableau 8. Composition relative (%) en triglycérides du suif de bœuf ($n = 35$)

| Triglycéride | Minimum | Moyenne | Médiane | Maximum | Ecart-type | Coeff. de variation (%) |
|--------------|---------|---------|---------|---------|------------|-------------------------|
| C 44 | 0,37 | 0,56 | 0,55 | 1,00 | 0,12 | 21,43 |
| C 46 | 1,98 | 2,74 | 2,80 | 3,31 | 0,33 | 12,04 |
| C 48 | 7,95 | 9,79 | 9,93 | 10,62 | 0,63 | 6,43 |
| C 50 | 21,12 | 22,86 | 22,95 | 23,75 | 0,58 | 2,54 |
| C 52 | 40,91 | 42,34 | 42,03 | 45,90 | 1,11 | 2,62 |
| C 54 | 19,40 | 20,64 | 20,69 | 22,33 | 0,74 | 3,59 |
| C 56 | 0,93 | 1,09 | 1,03 | 1,48 | 0,14 | 12,84 |

Répétabilité

La répétabilité (r) a été déterminée à partir de 35 échantillons de graisses différentes analysés à double. Elle a été calculée avec la formule suivante:

$$S_r = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^m d_i^2}{2m}}$$

$$r = 2,83 \cdot S_r$$

d_i = différences entre les déterminations à double

m = nombre de déterminations à double

Le tableau 10 donne les valeurs de r pour les triglycérides et le cholestérol de différentes graisses et huiles.

Interprétation

La différence absolue entre deux résultats distincts, obtenus sur un produit identique en utilisant cette méthode dans un même laboratoire par un même

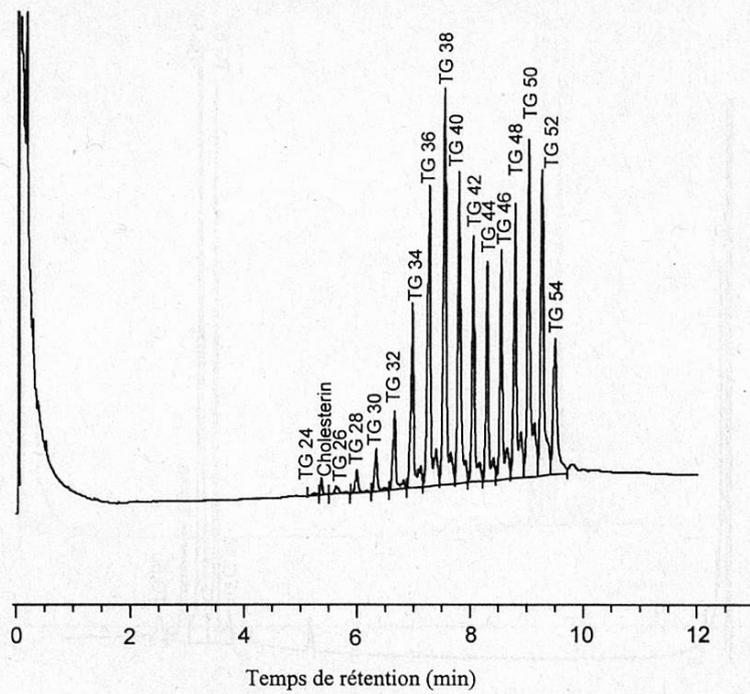


Fig. 1. Chromatogramme du beurre

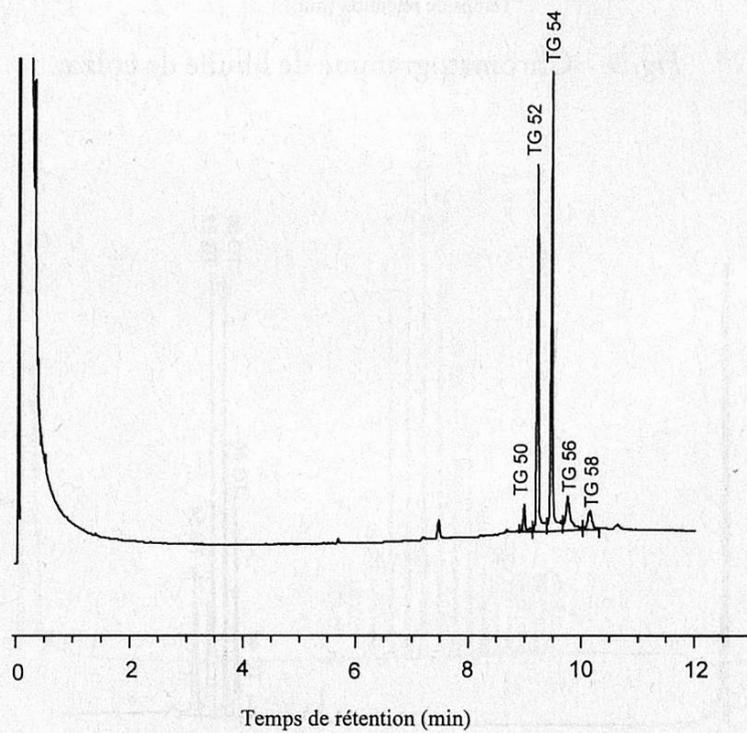


Fig. 2. Chromatogramme de l'huile de tournesol

opérateur utilisant le même matériel, dans un court intervalle de temps, ne doit pas dépasser les valeurs de r tabulées dans le 95% des cas.

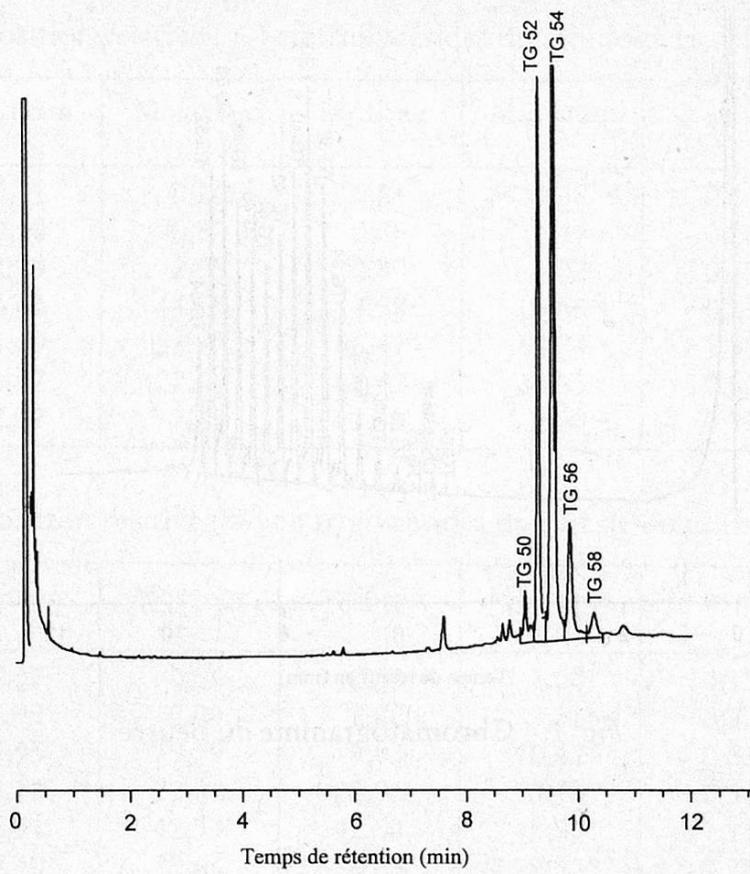


Fig. 3. Chromatogramme de l'huile de colza

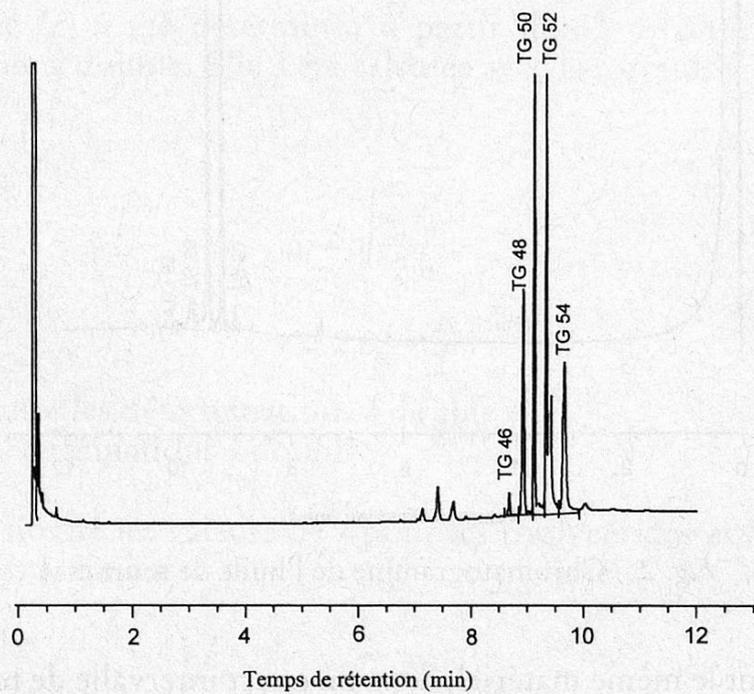


Fig. 4. Chromatogramme de l'huile de palme

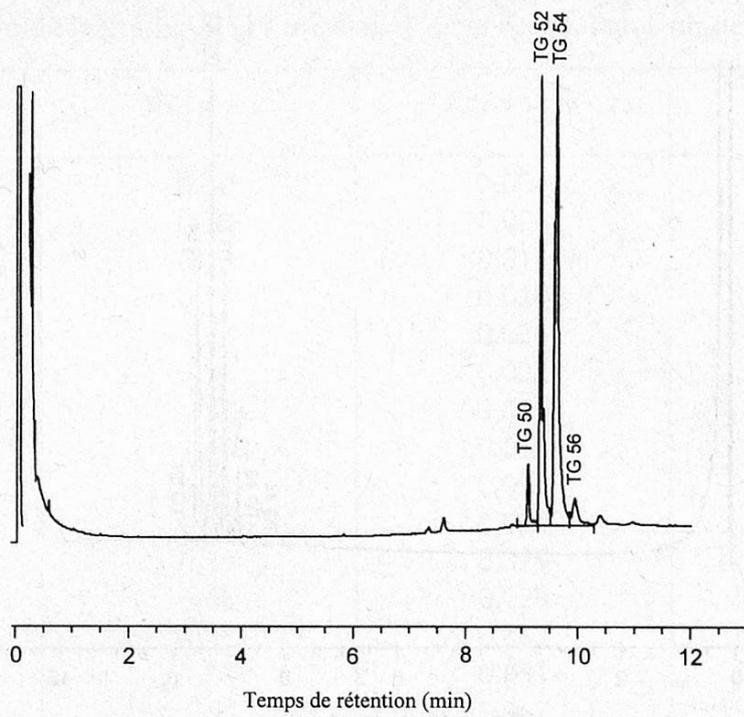


Fig. 5. Chromatogramme de l'huile de soja

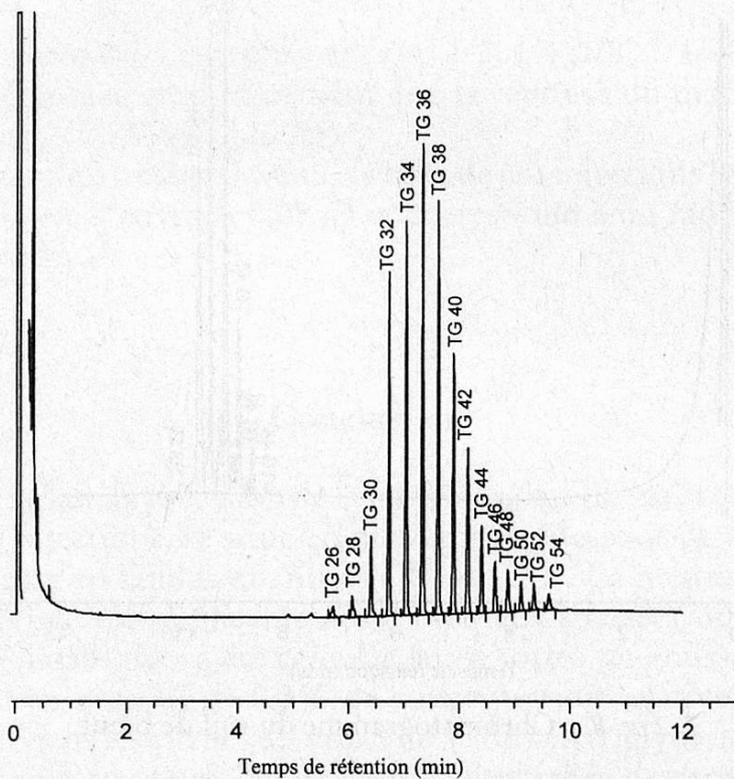


Fig. 6. Chromatogramme de la graisse de coprah

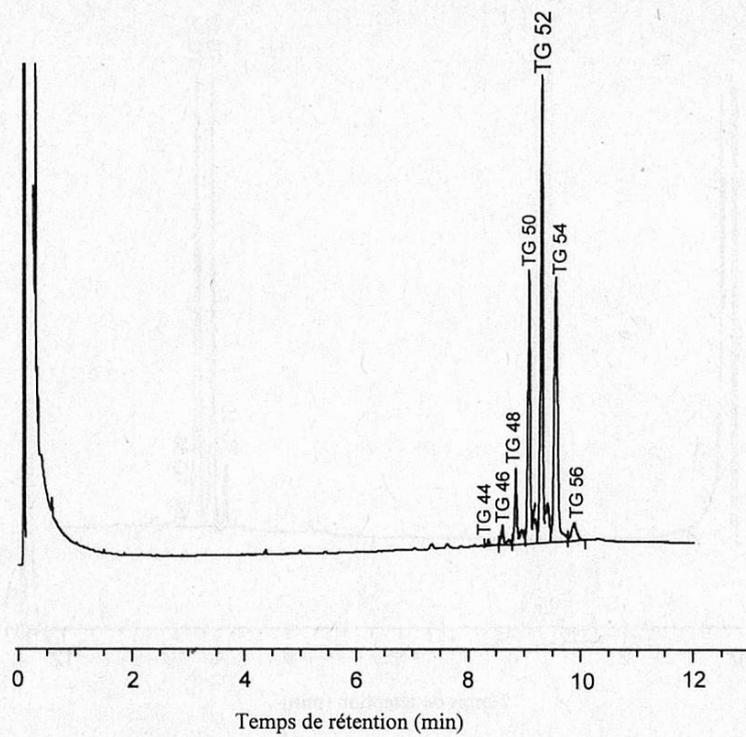


Fig. 7. Chromatogramme du saindoux

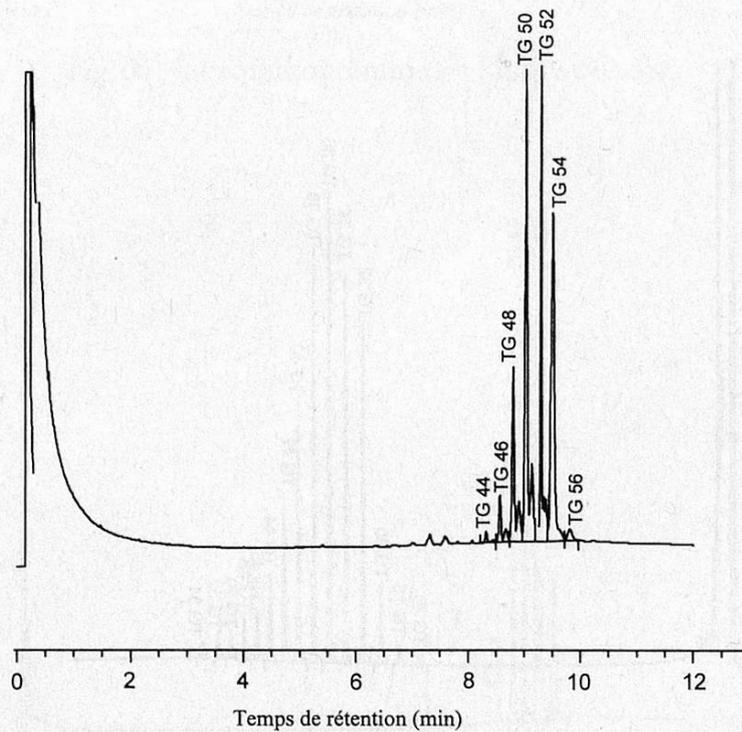


Fig. 8. Chromatogramme du suif de bœuf

Domaine de linéarité de la réponse du détecteur et limite de détection

La linéarité a été déterminée à l'aide de la technique de calibrage à points multiples. Une solution de triglycérides du commerce (0,05 g / 100 ml de chaque

Tableau 9. Précision de la méthode (10 injections de la même solution de graisse de lait)

| Triglycérides | Moyenne | Ecart-type | Coeff. de variation (%) |
|---------------|---------|------------|-------------------------|
| C 24* | 0,06 | 0,005 | 8,07 |
| Cholestérol | 0,30 | 0,006 | 2,12 |
| C 26 | 0,28 | 0,011 | 3,76 |
| C 28 | 0,64 | 0,020 | 3,08 |
| C 30 | 1,22 | 0,026 | 2,13 |
| C 32 | 2,51 | 0,022 | 0,89 |
| C 34 | 5,87 | 0,023 | 0,38 |
| C 36 | 11,02 | 0,016 | 0,15 |
| C 38 | 13,20 | 0,024 | 0,18 |
| C 40 | 9,95 | 0,039 | 0,39 |
| C 42 | 6,39 | 0,029 | 0,46 |
| C 44 | 5,66 | 0,029 | 0,52 |
| C 46 | 6,48 | 0,062 | 0,95 |
| C 48 | 9,18 | 0,091 | 1,00 |
| C 50 | 11,36 | 0,067 | 0,59 |
| C 52 | 10,93 | 0,079 | 0,72 |
| C 54 | 4,98 | 0,057 | 1,13 |

* Nombre d'atomes de carbone acylés

composant) a été diluée dans les rapports (v/v) 1/2, 1/4, 1/8, ... 1/4096. Pour chaque TG, il a pu être démontré graphiquement que la réponse du détecteur est linéaire dans le domaine testé (0,05 ng à 120 ng).

La limite de détection a été établie sur la base de ces injections (en concentrations décroissantes). Elle est d'environ 0,05 ng et correspond à un rapport signal / bruit de fond égal à environ 10.

Conclusion

Pour la graisse de lait, la précision de la méthode, établie sur la base du coefficient de variation de 10 injections, se situe en moyenne en dessous de 1% sauf pour des triglycérides présents en faibles quantités (TG < C30). La méthode de dosage des triglycérides proposée est applicable aussi bien aux graisses ou huiles végétales qu'animales. La répétabilité r a été calculée sur 8 sortes de graisses ou huiles. Elle se situe en général en dessous de 0,3% de concentration relative pour les graisses de lait et de coprah dans lesquelles les concentrations en triglycérides sont réparties sur 16, respectivement sur 14 mélanges de même nombre de carbone acylés. Pour les autres graisses végétales et animales, qui comportent un nombre de mélanges de triglycérides de même nombre de carbone acylés très restreints (de 4 à 7 mélanges) mais en concentrations plus élevées, r reste en général inférieur à 0,8% de concen-

Tableau 10. Répétabilité r ($n = 35$) pour diverses huiles et graisses végétales et animales (Unité: % de concentration relative)

| Triglycérides | Graisse de lait | Huile de tournesol | Huile de colza | Huile de palme | Huile de soja | Graisse de coprah | Saindoux | Suif de bœuf |
|---------------|-----------------|--------------------|----------------|----------------|---------------|-------------------|----------|--------------|
| TG 24 | 0,01 | — | — | — | — | — | — | — |
| Chol. | 0,02 | — | — | — | — | — | — | — |
| TG 26 | 0,01 | — | — | — | — | 0,07 | — | — |
| TG 28 | 0,03 | — | — | — | — | 0,11 | — | — |
| TG 30 | 0,05 | — | — | — | — | 0,14 | — | — |
| TG 32 | 0,04 | — | — | — | — | 0,07 | — | — |
| TG 34 | 0,08 | — | — | — | — | 0,13 | — | — |
| TG 36 | 0,15 | — | — | — | — | 0,13 | — | — |
| TG 38 | 0,17 | — | — | — | — | 0,14 | — | — |
| TG 40 | 0,11 | — | — | — | — | 0,07 | — | — |
| TG 42 | 0,09 | — | — | — | — | 0,07 | — | — |
| TG 44 | 0,08 | — | — | — | — | 0,05 | 0,23 | 0,14 |
| TG 46 | 0,14 | — | — | 0,15 | — | 0,08 | 0,24 | 0,14 |
| TG 48 | 0,16 | — | — | 0,27 | — | 0,05 | 0,22 | 0,26 |
| TG 50 | 0,25 | 0,38 | 0,23 | 0,32 | 0,27 | 0,08 | 0,21 | 0,41 |
| TG 52 | 0,28 | 0,37 | 0,28 | 0,24 | 0,31 | 0,24 | 0,53 | 0,62 |
| TG 54 | 0,28 | 0,77 | 0,76 | 0,48 | 0,55 | 0,12 | 0,33 | 0,45 |
| TG 56 | — | 0,49 | 0,37 | — | 0,51 | — | 0,32 | 0,29 |
| TG 58 | — | 0,61 | 0,36 | — | — | — | — | — |

tration relative. La méthode proposée est fiable et permet un dosage rapide (< 10 min). La moyenne arithmétique de l'écart-type s_x calculé pour toutes les graisses et pour tous les triglycérides est relativement constante (0,2 à 0,6% de concentration relative), ce qui se traduit par des déterminations d'autant plus précises que les concentrations en triglycérides sont élevées.

* Remerciements

Les auteurs remercient *M. Jacques Olivier Bosset* pour sa lecture critique du manuscrit, ainsi que les maisons Florin à Bâle, Morgia à Lyss et Sabo à Manno pour avoir aimablement mis à disposition les échantillons de graisses végétales et animales analysés dans le présent travail.

Résumé

Une méthode de détermination de la composition relative des triglycérides dans les graisses par chromatographie gaz liquide a été mise au point et validée selon le système d'assurance qualité. Cette méthode est utilisable aussi bien pour l'analyse des graisses

végétales qu'animales. La colonne capillaire courte employée (3,5 m) permet un dosage rapide (< 10 min) pour la routine.

Zusammenfassung

Eine Methode für die Bestimmung der Triglyceridzusammensetzung von Fetten wurde entwickelt und nach dem Qualitätssicherungssystem validiert. Diese Methode ist für Milchfett sowie für pflanzliche und tierische Fette einsetzbar. Die kurze Kapillarsäule (3,5 m) erlaubt eine schnelle Bestimmung (< 10 min) der Triglyceridzusammensetzung von Fetten.

Summary

A method for the determination of the triglyceride composition in fats was developed and validated in conformity with the quality management system. This method can be used for milk fat as well as for vegetable and animal fats. The short capillary column (3.5 m) permits rapid determination (< 10 min) for routine analysis.

Bibliographie

1. *Collomb, M. et Spahni, M.*: Adulteration des produits laitiers. Revue des critères analytiques de détection de graisses végétales et animales dans la graisse de beurre. *Trav. chim. aliment. hyg.* **82**, 615–662 (1991).
2. *Lipp, M.*: Review of methods for the analysis of triglycerides in milk fat: application for studies of milk quality and adulteration. *Food Chemistry* **54**, 213–221 (1995).
3. *Precht, D. und Heine, K.*: Nachweis von modifiziertem Milchfett mit der Triglyceridanalyse. 1. Nachweis von Fremdfetten im Milchfett aufgrund der Schwankungsbereiche von Triglyceriden und Triglyceridverhältnissen. *Milchwissenschaft* **41**, 329–334 (1986).
4. *Precht, D. und Heine, K.*: Nachweis von modifiziertem Milchfett mit der Triglyceridanalyse. 2. Fremdfettnachweis im Milchfett mit Hilfe von Triglyceridkombinationen. *Milchwissenschaft* **41**, 406–410 (1986).
5. *Precht, D.*: Qualitätseinstufung und schnelle Iodzahlbestimmung von Butterfett anhand einer Triglyceridanalyse. *Z. Lebensm.-Unters.-Forsch.* **187**, 457–462 (1988).
6. *Luf, W.*: Zum Verfälschungsnachweis von Milchfett, Teil I. *Deutsche Milchwirtschaft* **21**, 699–701 (1988).
7. *Luf, W.*: Zum Verfälschungsnachweis von Milchfett, Teil II. *Deutsche Milchwirtschaft* **22**, 735–737 (1988).
8. *Precht, D.*: Kennzahlen zur Qualitätseinstufung von Milchfett. *Die Molkerei-Zeitung Welt der Milch* **43**, 885–890 (1989).
9. *Precht, D.*: Schnelle gaschromatographische Triglyceridanalyse von Milchfett. *Kieler Milchw. Forsch. Ber.* **42**, 139–154 (1990).
10. *Precht, D.*: Klassifizierung der Milchfetthärte aufgrund chemischer und physikalischer Kennzahlen. *Kieler Milchw. Forsch. Ber.* **42**, 155–195 (1990).
11. *Precht, D.*: Control of milk fat purity by gas chromatographic triglyceride analysis. *Kieler Milchw. Forsch. Ber.* **43**, 219–242 (1991).

12. *Precht, D.*: Detection of adulterated milk fat by fatty acid and triglyceride analysis. *Fat Sci. Technol.* **93**, 538–544 (1991).
13. *Lozada, L., de la Fuente, M.A., Fontecha, J. and Juárez, M.*: Considerations of the quantitative aspect of the determination of milkfat triglycerides with split PTV and on-column injection. *J. high Resol. Chromatogr.* **18**, 771–775 (1995).
14. *Molkentin, J. und Precht, D.*: Entwicklung einer präzisen Kapillar-GC-Methode zur schnellen Triglyceridanalytik von Milchfetten. *Fat Sci. Technol.* **7** (2), 43–49 (1995).
15. *Lipp, M.*: Determination of the adulteration of butter fat by its triglyceride composition obtained by GC. A comparison of the suitability of PLS and neural networks. *Food Chemistry* **55**, 389–395 (1996).
16. *Deutsches Institut für Normen, DIN 10336*: Detection and determination of foreign fats in milk fat by gas chromatographic analysis of triglycerides (1994).
17. *Commission of the European Communities*: Reference method for the detection of foreign fats in milk fat by gas chromatographic analysis of triglycerides. Doc. VI / 2648 / 94.
18. *Commission of the European Communities*: Consideration of results submitted from the first to sixth EEC collaborative trial: Determination of triglycerides in milk fat. Doc. VI / 2644 / 91, Doc. VI / 1919 / 92, Doc. VI / 3842 / 92, Doc. VI / 5317 / 92, Doc. VI / 4604 / 93.
19. *Barron, L.J.R., Hierro, M.T.G. and Santa-María, G.*: HPLC and GLC analysis of triglyceride composition of bovine, ovine and caprine milk fat. *J. Dairy Res.* **57**, 517–526 (1990).
20. *FIL/IDF*: Milk and Milkproducts. Extraction methods for lipids and liposoluble compounds. (Joint IDF/ISO Standard), provisional norm **172**: 1995.
21. *Bosset, J.O., Berger, T., Bühler-Moor, U., Bütikofer, U., Collomb, M., Dafflon, O., Gauch, R., Jeangros, B., Lavanchy, P., Mariaca, R., Scehovic, J., Sieber, R. and Troxler, J.*: Comparison of some highland and lowland gruyere-type cheese of Switzerland: a study of their potential PDO/AOC/AOP characteristics. Authenticity and Adulteration of Food – the Analytical approach. (Proceedings of Euro Food chem. IX), Vol. 2, FECS-Event No. 220, pp. 395–400 (1997).

Dr Marius Collomb
 Monika Spahni
 Tina Bühler
 Station fédérale de recherches laitières
 Liebefeld
 CH-3003 Berne