



DÉTERMINATION DES ESTERS MÉTHYLIQUES D'ACIDES GRAS PAR CHROMATOGRAPHIE EN PHASE GAZEUSE

1. CHAMP D'APPLICATION

La présente norme fournit des directives pour la détermination par chromatographie en phase gazeuse des acides gras, libres et liés, dans les matières grasses et les huiles végétales après leur conversion en esters méthyliques d'acides gras (EMAG).

Les acides gras liés des triglycérides (TG) et, en fonction de la méthode d'estérification, les acides gras libres (AGL), sont convertis en esters méthyliques d'acides gras (EMAG), qui sont déterminés par chromatographie en phase gazeuse sur colonne capillaire.

Cette méthode permet de déterminer les EMAG de C₁₂ à C₂₄, y compris les esters méthyliques d'acides gras saturés, mono-insaturés cis et trans et poly-insaturés cis et trans.

2. PRINCIPE

La chromatographie en phase gazeuse (CG) est utilisée pour l'analyse quantitative des EMAG. Les EMAG sont préparés conformément à la Partie 1 de la présente méthode. Ils sont ensuite injectés et vaporisés dans l'injecteur. La séparation des EMAG est effectuée sur des colonnes analytiques de polarité et de longueur particulières. Un détecteur à ionisation de flamme (FID) est utilisé pour la détection des EMAG. Les conditions d'analyse sont décrites dans la Partie 2 de la présente méthode.

L'hydrogène ou l'hélium peuvent être utilisés comme gaz vecteur (phase mobile) dans la chromatographie en phase gazeuse des EMAG avec détecteur à ionisation de flamme. L'hydrogène accélère la séparation et permet d'obtenir des pics plus marqués. La phase stationnaire est une couche microscopique d'un mince film liquide sur une surface solide inerte de silice fondue.

Lors de leur passage le long de la colonne capillaire, les composés volatilisés en cours d'analyse interagissent avec la phase stationnaire tapissant la surface interne de la colonne. En raison de cette interaction différente de divers composés, l'élution de ces derniers s'effectue à des moments différents, qui représentent chacun le temps de rétention du composé pour un ensemble de paramètres d'analyse donné. La comparaison des temps de rétention sert à l'identification des différents composés.

PARTIE 1. PRÉPARATION DES ESTERS MÉTHYLIQUES D'ACIDES GRAS DE L'HUILE D'OLIVE ET DE L'HUILE DE GRIGNONS D'OLIVE

1. CHAMP D'APPLICATION

La présente méthode définit la préparation des esters méthyliques d'acides gras. Elle présente des méthodes de préparation des esters méthyliques d'acides gras des huiles d'olive et des huiles de grignons d'olive.

2. DOMAINE D'APPLICATION

La préparation des esters méthyliques d'acides gras des huiles d'olive et des huiles de grignons d'olive est effectuée par transestérification avec une solution méthanolique d'hydroxyde de potassium à température ambiante. La nécessité de purification de l'échantillon avant la transestérification dépend de la teneur de l'échantillon en acides gras libres et du paramètre analytique à déterminer. La méthode peut être choisie conformément au tableau ci-après :

Catégorie d'huile	Méthode
Huile d'olive vierge avec une acidité $\leq 2,0$ %	<ol style="list-style-type: none"> 1. Acides gras 2. Acides gras <i>trans</i> 3. ΔECN42 et méthode globale (après purification par extraction en phase solide (SPE) avec gel de silice)
Huile d'olive raffinée	
Huile d'olive composée d'huile d'olive raffinée et d'huiles d'olive vierges	
Huile de grignons d'olive raffinée	
Huile de grignons d'olive	
Huile d'olive vierge avec une acidité $> 2,0$ % Huile de grignons d'olive brute	<ol style="list-style-type: none"> 1. Acides gras (après purification par SPE avec gel de silice) 2. Acides gras <i>trans</i> (après purification par SPE avec gel de silice) 3. ΔECN42 et méthode globale (après purification par SPE avec gel de silice)

3. MÉTHODOLOGIE

3.1. Transestérification avec une solution méthanolique d'hydroxyde de potassium à température ambiante.

3.1.1. Principe

Les esters méthyliques sont formés par transestérification avec une solution méthanolique d'hydroxyde de potassium comme phase intermédiaire avant la saponification.

3.1.2. Réactifs

3.1.2.1. Méthanol ne contenant pas plus de 0,5 % (m/m) d'eau.

3.1.2.2. Hexane pour chromatographie. (L'hexane peut être remplacé par de l'iso-octane (2,2,4-triméthyl pentane pour chromatographie, conformément à la méthode ISO NF EN ISO 12966-2 : Corps gras d'origines animale et végétale – Chromatographie en phase gazeuse des esters méthyliques d'acides gras – Partie 2 : Préparation des esters méthyliques d'acides gras. Cette solution est toutefois préférable en raison de la toxicité de l'hexane).

3.1.2.3. Heptane, pour chromatographie. L'heptane peut être remplacé par de l'iso-octane (2,2,4-triméthyl pentane pour chromatographie).

3.1.2.4. Éther diéthylique, stabilisé pour analyses.

3.1.2.5. Acétone pour chromatographie.

3.1.2.6. Solvant d'élution pour la purification de l'huile par chromatographie sur colonne ou par SPE, mélange hexane/éther diéthylique dans les proportions 87/13 (v/v).

3.1.2.7. Hydroxyde de potassium, solution méthanolique d'environ 2 M : dissoudre 11,2 g d'hydroxyde de potassium dans 100 ml de méthanol.

3.1.2.8. Cartouches de gel de silice, 1 g (6 ml), pour l'extraction en phase solide.

3.1.3. Appareillage

3.1.3.1. Éprouvettes à bouchon vissant (de 5 ml de capacité) avec un bouchon muni d'un joint de PTFE.

3.1.3.2. Pipettes graduées ou automatiques de 2 ml et 0,2 ml.

3.1.4. Purification des échantillons d'huile

Si nécessaire, les échantillons seront purifiés par passage de l'huile dans une cartouche de gel de silice pour l'extraction en phase solide. Placer une cartouche de gel de silice (3.1.2.8) dans un appareil d'élution à vide et laver avec 6 ml d'hexane (3.1.2.2) ; le lavage est effectué sans vide. Charger ensuite dans la colonne une solution d'huile (environ 0,12 g) dans 0,5 ml d'hexane (3.1.2.2). Faire descendre la solution pour élution avec 10 ml d'hexane/éther diéthylique (87/13 v/v) (3.1.2.6). Homogénéiser la totalité des éluats et diviser en deux volumes similaires. Faire évaporer un des volumes jusqu'à dessiccation dans un évaporateur rotatif sous pression réduite et à température ambiante. Dissoudre le résidu dans 1 ml d'heptane pour la préparation des esters méthyliques d'acides gras et l'analyse par chromatographie en phase gazeuse (3.1.6). Faire évaporer le second volume et dissoudre le résidu dans 1 ml d'acétone pour l'analyse des triglycérides par CLHP (chromatographie liquide sous haute pression) si nécessaire.

3.1.6. Procédure

Dans une éprouvette à bouchon vissant de 5 ml (3.1.3.1), peser environ 0,1 g de l'échantillon d'huile. Ajouter 2 ml d'heptane (3.1.2.2) et agiter. Ajouter 0,2 ml de la solution méthanolique d'hydroxyde de potassium (3.1.2.7), boucher à l'aide du bouchon muni d'un joint en PTFE, bien fermer et agiter énergiquement pendant 30 secondes. Laisser reposer jusqu'à ce que la partie supérieure de la solution devienne claire. Décanter la couche supérieure contenant les esters méthyliques. La solution d'heptane est prête pour être injectée dans le chromatographe. Il est conseillé de maintenir la solution au réfrigérateur jusqu'au moment de l'analyse chromatographique. Il n'est pas recommandé de stocker la solution pendant plus de 12 heures.

PARTIE 2. ANALYSE DES ESTERS MÉTHYLIQUES D'ACIDES GRAS PAR CHROMATOGRAPHIE EN PHASE GAZEUSE

1. CHAMP D'APPLICATION

La présente méthode donne des directives générales pour la détermination par chromatographie en phase gazeuse par colonne capillaire de la composition qualitative et quantitative d'un mélange d'esters méthyliques d'acides gras obtenu selon la méthode spécifiée dans la Partie 1 de la présente méthode.

La méthode ne s'applique pas aux acides gras polymérisés.

2. RÉACTIFS

2.1. Gaz vecteur

Gaz inerte (hélium ou hydrogène), soigneusement desséché et contenant moins de 10 mg/kg d'oxygène.

Note 3 : l'hydrogène peut doubler la vitesse d'analyse mais présente des dangers. Il existe cependant des dispositifs de sécurité.

2.2. Gaz auxiliaires

2.2.1 Hydrogène (pureté $\geq 99,9$ %), ne contenant pas d'impuretés organiques.

2.2.2 Air ou oxygène ne contenant pas d'impuretés organiques.

2.2.3 Azote (pureté > 99 %).

2.3. Produits d'étalonnage

Mélange d'esters méthyliques d'acides gras purs, ou esters méthyliques d'un corps gras, de composition connue, si possible voisine de celle du corps gras à analyser. Les isomères cis et trans des esters méthyliques octadécénoïques, octadécadiénoïques et octadécatriénoïques sont utiles pour l'identification des isomères trans des acides insaturés.

Prendre toutes les précautions afin d'éviter l'oxydation des acides gras polyinsaturés.

3. APPAREILLAGE

Les prescriptions fournies concernent les appareils usuels de chromatographie en phase gazeuse utilisant des colonnes capillaires et un détecteur à ionisation de flamme.

3.1. Chromatographe en phase gazeuse

Le chromatographe en phase gazeuse comprend les éléments suivants.

3.1.1. Système d'injection

Utiliser un système d'injection avec des colonnes capillaires, auquel cas il importe que le dispositif soit spécialement conçu pour l'utilisation de telles colonnes. Il peut s'agir d'un système d'injection à division de flux ou d'un système d'injection sans division dans la colonne (injecteur *on-column*).

3.1.2. Four

Le four doit être en mesure de porter la colonne capillaire à une température d'au moins 260 °C et de maintenir la température choisie à 0,1 °C près. Cette dernière exigence est particulièrement importante lorsqu'un tube en silice fondue est utilisé.

L'utilisation d'un appareil de chauffage équipé d'un programmeur de température est recommandée dans tous les cas et, en particulier, en présence d'acides gras à moins de 16 atomes de carbone.

3.1.3. Colonne capillaire

3.1.3.1. Tube en matériau inerte vis-à-vis des corps à analyser, généralement en verre ou en silice fondue. Le diamètre interne doit être compris entre 0,20 et 0,32 mm. Intérieurement, il devra subir des traitements appropriés (préparation de l'état de surface, inactivation) avant de recevoir le film de phase stationnaire. Une longueur de 60 m est suffisante pour les acides gras et les isomères cis et trans des acides gras.

3.1.3.2. Phase stationnaire, polysiloxanes polaires (cyanopropylsilicone). Les colonnes greffées ou réticulées conviennent.

Note 4 : toutefois les polysiloxanes polaires peuvent compliquer l'identification et la séparation de l'acide linoléique et des acides en C₂₀.

Les épaisseurs de film doivent être faibles : 0,1 à 0,2 µm.

3.1.3.3. Montage et conditionnement de la colonne

Respecter les précautions habituelles de montage des colonnes capillaires, c'est-à-dire la disposition de la colonne dans le four (support), le choix et le montage des joints (étanchéité), le positionnement des extrémités de la colonne dans l'injecteur et le détecteur (réduction des volumes morts). Mettre la colonne sous gaz vecteur (par exemple 0,3 bar (30 kPa) pour une colonne de 25 m de longueur et d'un diamètre intérieur de 0,3 millimètre).

Conditionner la colonne par programmation de la température du four à 3 °C par minute depuis la température ambiante jusqu'à une température inférieure de 10 °C à la limite de décomposition de la phase stationnaire. Maintenir le four à cette température pendant une heure, jusqu'à stabilisation de la ligne de base. Revenir à 180 °C pour travailler dans des conditions isothermes.

Note 5 : des colonnes préconditionnées adéquates sont disponibles dans le commerce.

3.1.4. Détecteur à ionisation de flamme et convertisseur-amplificateur.

3.2. Seringue

La seringue doit avoir une capacité de 10 µl au maximum et être graduée en 0,1 µl.

3.3. Système d'acquisition de données

Système d'acquisition de données connecté en ligne avec les détecteurs et utilisé avec un logiciel adapté pour l'intégration et à la normalisation des pics.

4. PROCÉDURE

Les détails opératoires présentés aux points 4.1 à 4.3 concernent l'utilisation d'un détecteur à ionisation de flamme.

4.1. Conditions d'essai

4.1.1. Choix des conditions opératoires optimales pour colonnes capillaires

Compte tenu des caractéristiques d'efficacité et de perméabilité des colonnes capillaires, la séparation entre les constituants et la durée de l'analyse dépendent en grande partie du débit du gaz vecteur dans la colonne. Il sera donc nécessaire d'optimiser les conditions opératoires en ajustant ce paramètre (ou plus simplement sur la perte de charge en tête de colonne) selon que l'on cherche à améliorer la séparation ou à accélérer l'analyse.

Les conditions suivantes se sont révélées utilisables pour la séparation des EMAG (C₄ à C₂₆). Des exemples de chromatogrammes figurent à l'annexe B :

Température de l'injecteur : 250 °C
 Température du détecteur : 250 °C
 Température du four : 165 °C (8 min) à 210 °C à 2 °C/min
 Gaz vecteur hydrogène : pression de tête de colonne, 179 kPa
 Débit total : 154,0 ml/min
 Ratio de la division : 1:100
 Volume d'injection : 1 µl

4.1.2 Détermination de la résolution (voir annexe A)

Calculer la résolution, R, de deux pics voisins I et II, au moyen de la formule suivante :

$$R = 2 \frac{d_{r(II)} - d_{r(I)}}{\omega_{(I)} + \omega_{(II)}} \quad \text{ou} \quad R = 2 \frac{t_{r(II)} - t_{r(I)}}{\omega_{(I)} + \omega_{(II)}} \quad (\text{USP}) \quad (\text{United States Pharmacopeia}),$$

ou

$$R = 1.18 \frac{t_{r(II)} - t_{r(I)}}{\omega_{0.5(I)} + \omega_{0.5(II)}} \quad ((\text{EP, BP, JP, DAB}), (\text{JP (Japanese Pharmacopeia), EP (Pharmacopée Européenne)}, (\text{BP (British Pharmacopeia)}))$$

où :

$d_{r(I)}$ est la distance de rétention du pic I ;

$d_{r(II)}$ est la distance de rétention du pic II ;

$t_{r(I)}$ est le temps de rétention du pic I ;

$t_{r(II)}$ est le temps de rétention pic II ;

$\omega_{(I)}$ est la largeur de la base du pic I ;

$\omega_{(II)}$ est la largeur de la base du pic II ;

$\omega_{0.5}$ est la largeur du pic du composé donné, à mi-hauteur du pic ;

Si $\omega_{(I)} \approx \omega_{(II)}$, calculer R en utilisant les formules suivantes :

$$R = \frac{d_{r(II)} - d_{r(I)}}{\omega} = \frac{d_{r(II)} - d_{r(I)}}{4\sigma}$$

où :

σ est l'écart-type (voir annexe A, figure 1).

Si la distance d_r entre les deux pics $d_{r(II)} - d_{r(I)}$ est égale à 4σ , le facteur de résolution $R = 1$.

Si les deux pics ne sont pas complètement séparés, les tangentes aux points d'inflexion des deux pics se coupent au point C. Afin de séparer complètement les deux pics, la distance entre eux doit être égale à :

$d_{r(II)} - d_{r(I)} = 6 \sigma$ d'où $R = 1,5$ (voir annexe A, figure 3).

5. EXPRESSION DES RÉSULTATS

5.1. Analyse qualitative

Identifier les pics d'ester méthylique de l'échantillon à partir du chromatogramme de l'annexe I, si nécessaire par interpolation, ou comme indiqué au point 6.4.

5.2. Évaluation quantitative

5.2.1. Détermination de la composition

Calculer la fraction massique w_i des esters méthyliques d'acides gras, exprimée en pourcentage en masse des esters méthyliques, comme suit :

5.2.2. Méthode de calcul

5.2.2.1. Cas général

Calculer la teneur d'un composant donné i , exprimée en pourcentage en masse des esters méthyliques, en déterminant le pourcentage représenté par le rapport de l'aire du pic correspondant à la somme des aires de la totalité des pics, à l'aide de la formule :

$$w_i = \frac{A_i}{\sum A} \times 100$$

où :

A_i est l'aire du pic de chaque ester méthylique d'acide gras i ;

$\sum A$ est la somme des aires de la totalité des pics de tous les esters méthyliques d'acides gras.

Les résultats sont exprimés avec deux décimales.

Note 6 : pour les matières grasses et les huiles, la fraction massique des esters méthyliques d'acides gras est égale à la fraction massique des triglycérides en grammes par 100 g. Pour le cas où cette hypothèse n'est pas permise, voir le point 5.2.2.2.

5.2.2.2. Cas d'emploi des facteurs de correction

Dans certains cas, par exemple en présence d'acides gras à moins de huit atomes de carbone ou d'acides avec des groupes secondaires, les aires doivent être corrigées à l'aide de facteurs de correction spécifiques (F_i). Ces facteurs sont déterminés pour chaque instrument. À cet effet, des matériaux de référence appropriés, avec une composition en acides gras certifiée dans la fourchette correspondante, doivent être utilisés.

Note 7 : ces facteurs de correction ne sont pas identiques aux facteurs de correction FID théoriques, qui sont indiqués dans l'annexe A, étant donné qu'ils comprennent également les performances du système d'injection, etc. Toutefois, dans le cas de plus grandes différences, le système dans son ensemble devrait faire l'objet d'un contrôle de performance.

Pour ce mélange témoin, le pourcentage en masse de l'EMAG i est donné par la formule :

$$w_i = \frac{m_i}{\sum m} \times 100$$

où

m_i est la masse de l'EMAG i dans le mélange témoin ;

$\sum m$ est la somme des masses des divers constituants comme les EMAG du mélange témoin.

À partir du chromatogramme du mélange témoin, calculer le pourcentage par aire de l'EMAG i comme suit :

$$w_i = \frac{A_i}{\sum A} \times 100$$

où :

A_i est l'aire de l'EMAG i dans le mélange témoin ;

$\sum A$ est la somme de toutes les aires de tous les EMAG du mélange témoin.

Le facteur de correction F_i est alors :

$$F_i = \frac{m_i \times \sum A}{A_i \times \sum m}$$

Pour l'échantillon, le pourcentage en masse de chaque EMAG i est :

$$w_i = \frac{F_i \times A_i}{\sum (F_i \times A_i)}$$

Les résultats sont exprimés avec deux décimales.

Note 7 : la valeur calculée correspond au pourcentage en masse de chaque acide gras calculé en triglycérides par 100 g de matières grasses.

5.2.2.3. Cas de l'emploi d'un étalon interne

Dans certaines analyses (par exemple lorsque tous les acides gras ne sont pas quantifiés, et que des acides à quatre et six carbones sont présents à côté d'acides à 16 et 18 carbones, ou bien lorsqu'il est nécessaire de déterminer la quantité absolue d'acides gras dans un échantillon), il est nécessaire d'utiliser un étalon interne. Les acides gras à 5, 15 ou 17 carbones sont souvent utilisés. Le facteur de correction de l'étalon interne doit être déterminé (s'il y a lieu).

Le pourcentage en masse du composé i , exprimé en esters méthyliques, est par suite donné par la formule :

$$w_i = \frac{m_{IS} \times F_i \times A_i}{m \times F_{IS} \times A_{IS}}$$

où :

A_i est l'aire de l'EMAG i ;

A_{IS} est l'aire de l'étalon interne ;

F_i est le facteur de correction de l'acide gras i , exprimé en EMAG ;

F_{IS} est le facteur de correction de l'étalon interne ;

m est la masse, en milligrammes, de la prise d'essai ;

m_{IS} est la masse, en milligrammes, de l'étalon interne.

Les résultats sont exprimés avec deux décimales.

8. RAPPORT D'ANALYSE

Le rapport d'essai doit indiquer les méthodes utilisées pour la préparation des esters méthyliques et pour l'analyse par chromatographie en phase gazeuse. Il doit, en outre, mentionner tous les détails opératoires non prévus dans la présente méthode standard, ou facultatifs, ainsi que les incidents éventuels susceptibles d'avoir influé sur les résultats.

Le rapport d'analyse doit comporter toutes les informations permettant une identification complète de l'échantillon.

9. PRÉCISION

9.1 Résultats de l'essai interlaboratoire

Les détails d'un essai interlaboratoire sur la précision de la méthode sont présentés à l'annexe C. Les valeurs dérivées de l'essai interlaboratoire peuvent ne pas être applicables aux gammes de concentration et aux matrices autres que celles données.

9.2 Répétabilité

La différence absolue entre les résultats de deux tests distincts, obtenus selon la même méthode, sur du matériel d'essai identique, dans le même laboratoire, par un seul opérateur utilisant le même équipement et effectués dans un bref intervalle de temps sera supérieure, dans 5 % des cas au maximum, à la valeur r présentée dans les tableaux 1 à 15.

9.3 Reproductibilité

La différence absolue entre les résultats de deux tests individuels, obtenus selon la même méthode, sur du matériel d'essai identique, dans des laboratoires différents, par des opérateurs différents utilisant un équipement différent sera supérieure, dans 5 % des cas au maximum, à la valeur R présentée dans les tableaux 1 à 15.

ANNEXE A

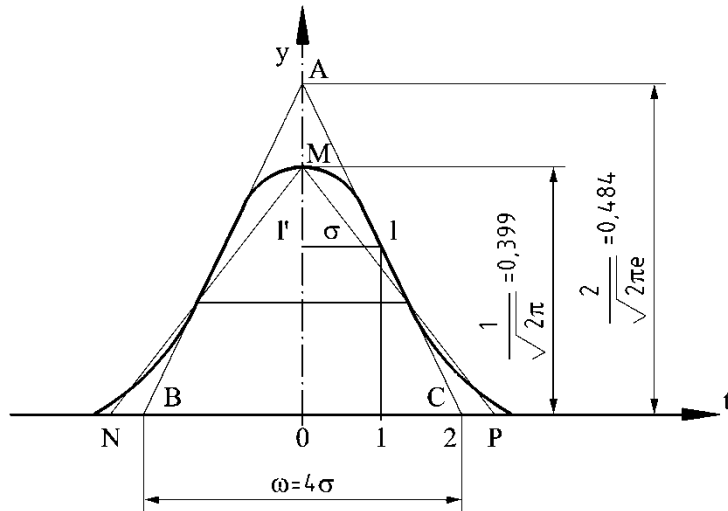


Figure 1 : avec $\omega_{0,5}$ pour la largeur à mi-hauteur du triangle (ABC) et b pour la largeur à mi-hauteur du triangle (NPM).

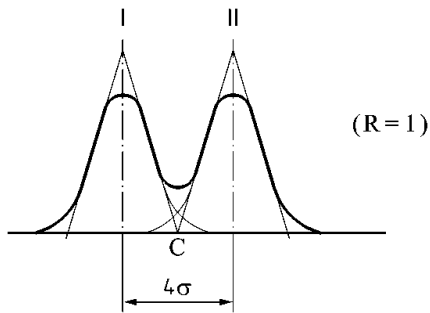


Figure 2

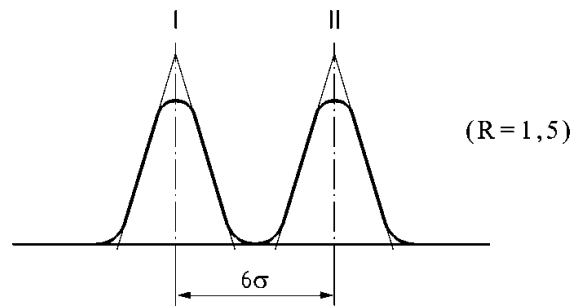


Figure 3

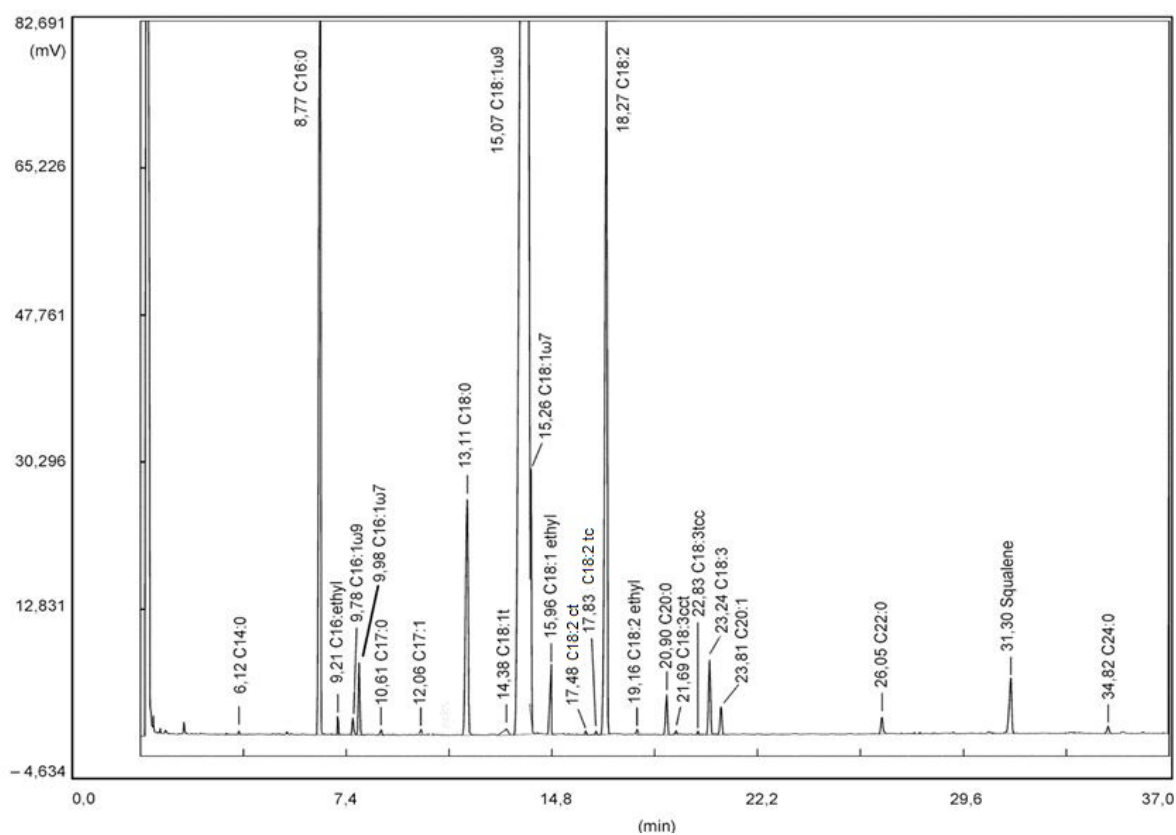
ANNEXE B

Figure 1 : Profil chromatographique en phase gazeuse d'une huile de grignons d'olive, obtenu par la méthode de méthylation à froid. Les pics chromatographiques correspondent aux esters méthyliques et éthyliques, sauf indication contraire.

ANNEXE C**VALEURS DE PRÉCISION DE LA MÉTHODE***A : Huile d'olive vierge extra**B : Huile d'olive vierge**C : Huile d'olive lampante**D : Huile d'olive**E : Huile de grignons d'olive brute***Tableau 1** : Acide myristique C14:0 (à partir de l'Essai circulaire du COI 2015)

	A	B	C	D	E
n	15	15	15	15	15
valeurs aberrantes	0	0	1	1	3
moyenne	0,01	0,01	0,01	0,01	0,02
r	0005	0007	0012	0011	0006
S_r	0002	0003	0004	0004	0002
RSD_r(%)	20	20	36	38	11
R	0011	0017	0017	0013	0016
S_R	0004	0006	0006	0005	0006
RSD_R(%)	45	47	52	42	32

Tableau 2 : Acide palmitique C16:0 (à partir de l'Essai circulaire du COI 2015)

	A	B	C	D	E
n	15	15	15	15	15
valeurs aberrantes	2	3	1	0	0
moyenne	7,96	10,32	10,35	10,51	9,67
r	0,12	0,18	0,42	0,29	0,38
S_r	0,04	0,06	0,15	0,1	0,14
RSD_r(%)	0,5	0,6	1,5	1000	1,4
R	0,68	0,44	0,93	1,3	1,3
S_R	0,24	0,16	0,33	0,46	0,45
RSD_R(%)	3,0	1,5	3,2	4,4	4,7

Tableau 3 : Acide palmitoléique C16:1 (à partir de l'Essai circulaire du COI 2015)

	A	B	C	D	E
n	15	15	15	15	15
valeurs aberrantes	0	2	0	1	1
moyenne	0,50	0,68	0,74	0,91	0,64
r	0041	0027	0074	0034	0040
S_r	0014	0,01	0026	0012	0014
RSD_r(%)	2,9	1,4	3,6	1,3	2,3
R	0966	0077	0132	0123	0128
S_R	0034	0027	0047	0,44	0046
RSD_R(%)	6,8	4,1	6,4	4,9	7,2

Tableau 4 : Acide heptadécanoïque C17:0 (à partir des données de reconnaissance 2000-2006)

	A	B	C	D	E
n	25	25	25	25	25
valeurs aberrantes	1	1	1	2	2
moyenne	0,18	0,06	0,11	0,14	0,12
r	0013	0011	0010	0009	0009
S_r	0005	0004	0004	0003	0003
RSD_r(%)	2,7	6,9	3,1	2,3	2,7
R	0020	0021	0024	0021	0027
S_R	0007	0007	0009	0008	0010
RSD_R(%)	4,1	12,6	7,7	5,2	7,8

Tableau 5 : Acide heptadécénoïque C17:1 (à partir des données de reconnaissance 2000-2006)

	A	B	C	D	E
n	29	29	29	29	29
valeurs aberrantes	3	2	2	3	2
moyenne	0,26	0,09	0,24	0,22	0,19
r	0010	0010	0014	0013	0012
S_r	0004	0004	0005	0005	0004
RSD_r(%)	1,4	3,8	2	2,2	2,2
R	0031	0027	0041	0030	0031
S_R	0011	0010	0015	0011	0011
RSD_R(%)	29	29	29	29	29

Tableau 6 : Acide stéarique C18:0 (à partir de l'Essai circulaire du COI 2015)

	A	B	C	D	E
n	15	15	15	15	15
valeurs aberrantes	2	0	0	0	1
moyenne	2,88	2,49	2,62	3,49	3,12
r	0089	0034	0084	0094	0107
S_r	0032	0012	0030	0034	0038
RSD_r(%)	1,1	0,5	1,1	1,0	1,2
R	0171	0259	0246	0367	0328
S_R	0061	0092	0088	0131	0117
RSD_R(%)	2,1	3,7	3,4	3,8	3,8

Tableau 7 : Acide oléique C18:1 (à partir de l'Essai circulaire du COI 2015)

	A	B	C	D	E
n	15	15	15	15	15
valeurs aberrantes	0	0	1	1	0
moyenne	79,42	74,55	75,55	76,14	75,8
r	0,42	0,30	0,39	0,23	0,46
S_r	0,15	0,11	0,14	0,08	0,16
RSD_r(%)	0,2	0,2	0,2	0,1	0,2
R	1,37	1,26	1,26	1,33	1,80
S_R	0,49	0,45	0,45	0,47	0,64
RSD_R(%)	0,6	0,6	0,6	0,6	0,9

Tableau 8 : Acide linoléique C18:2 (à partir de l'Essai circulaire du COI 2015)

	A	B	C	D	E
N	15	15	15	15	15
Valeurs aberrantes	2	1	0	1	0
Moyenne	7,33	9,66	8,52	7,18	8,75
r	0,07	0,08	0,17	0,12	0,13
S_r	0,02	0,03	0,06	0,04	0,05
RSD_r(%)	0,3	0,3	0,7	0,6	0,6
R	0,34	0,52	0,50	0,45	0,59
S_R	0,12	0,19	0,18	0,16	0,21
RSD_R(%)	1,7	1,9	2,1	2,2	2,4

Tableau 9 : Acide linoléique C18:3 (à partir de l'Essai circulaire du COI 2015)

	A	B	C	D	E
n	15	15	15	15	15
valeurs aberrantes	2	0	0	0	4
moyenne	0,73	0,90	0,86	0,74	0,75
r	0036	0049	0029	0039	0055
S_r	0013	0017	0010	0014	0020
RSD_r(%)	1,8	1,9	1,2	1,9	2,6
R	0,08	0,1	0101	0079	0115
S_R	0029	0041	0036	0028	0041
RSD_R(%)	3,9	4,6	4,2	3,8	5,4

Tableau 10 : Acide arachidique C20:0 (à partir de l'Essai circulaire du COI 2015)

	A	B	C	D	E
n	15	15	15	15	15
valeurs aberrantes	1	0	0	1	0
moyenne	0,39	0,44	0,44	0,42	0,43
r	0041	0050	0037	0037	0053
S_r	0015	0018	0013	0013	0019
RSD_r(%)	3,8	4	3	3,1	4,4
R	0080	0089	0086	0117	0102
S_R	0029	0032	0031	0042	0036
RSD_R(%)	7,3	7,2	7	9,8	8,6

Tableau 11 : Acide eicosénoïque C20:1 (à partir de l'Essai circulaire du COI 2015)

	A	B	C	D	E
n	15	15	15	15	15
valeurs aberrantes	1	1	1	0	1
moyenne	0,37	0,39	0,37	0,28	0,30
r	0026	0032	0036	0047	0073
S_r	0009	0011	0013	0017	0026
RSD_r(%)	7,8	3,0	3,5	6,0	8,9
R	0082	0095	0064	0079	0077
S_R	0029	0034	0023	0028	0027
RSD_R(%)	7,9	8,7	6,2	10,0	9,3

Tableau 12 : Acide béhénique C22:0 (à partir de l'Essai circulaire du COI 2015)

	A	B	C	D	E
n	15	15	15	15	15
valeurs aberrantes	0	1	1	1	3
moyenne	0,11	0,14	0,14	0,12	0,19
r	0022	0036	0039	0045	0036
S_r	0008	0013	0014	0016	0013
RSD_r(%)	7,0	9,6	10,0	14,0	6,9
R	0038	0044	0050	0056	0043
S_R	0014	0016	0018	0020	0015
RSD_R(%)	12,0	12,0	13,0	17,0	8,3

Tableau 13 : Acide lignocérique C24:0 (à partir de l'Essai circulaire du COI 2015)

	A	B	C	D	E
n	15	15	15	15	15
valeurs aberrantes	1	0	0	0	3
moyenne	0,04	0,06	0,06	0,05	0,08
r	0017	0015	0033	0033	0040
S_r	0006	0005	0012	0012	0014
RSD_r(%)	15,0	8,9	20,0	24,0	19,0
R	0055	0073	0072	0054	0,04
S_R	0020	0026	0026	0019	0014
RSD_R(%)	49,0	42,0	45,0	39,0	19,0

Tableau 14 : C18:1 trans (à partir de l'Essai circulaire du COI 2015)

	A	B	C	D	E
n	15	15	15	15	15
valeurs aberrantes	1	1	1	1	2
moyenne	0,01	0,01	0,01	0,01	0,12
r	0011	0013	0008	0013	0044
S_r	0004	0005	0003	0005	0016
RSD_r(%)	38,0	46,0	27,0	45,0	13,2
R	0027	0028	0030	0032	0157
S_R	0010	0010	0011	0011	0056
RSD_R(%)	96,0	86,0	100,0	89,0	48,0

Tableau 15 : C18:2 trans + C18:3 trans (à partir de l'Essai circulaire du COI 2015)

	A	B	C	D	E
n	15	15	15	15	15
valeurs aberrantes	3	3	4	2	3
moyenne	0,01	0,01	0,01	0,01	0,03
r	0013	0014	0006	0029	0017
S_r	0005	0005	0002	0010	0006
RSD_r(%)	84,0	50,0	28,0	115,0	24,0
R	0019	0022	0018	0032	0059
S_R	0007	0008	0006	0012	0021
RSD_R(%)	123,0	79,0	81,0	130,0	83,0