

NORME
INTERNATIONALE

ISO
6321

Première édition
1991-09-01

**Corps gras d'origines animale et végétale —
Détermination du point de fusion en tube
capillaire ouvert**

iTeh STANDARD PREVIEW

*(Animal and vegetable fats and oils — Determination of melting point in
open capillary tubes (slip point))*

ISO 6321:1991

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/03705617-a9b8-4b35-9060-607f11d2f800/iso-6321-1991>



Numéro de référence
ISO 6321:1991(F)

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 (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 6321 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits agricoles alimentaires*, sous-comité SC 11, *Corps gras d'origines animale et végétale*.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/03705617-a9b8-4b35-9060-607f11d2f800/iso-6321-1991>

© ISO 1991

Droits de reproduction réservés. 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 et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

Organisation internationale de normalisation
Case Postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse

Imprimé en Suisse

Corps gras d'origines animale et végétale — Détermination du point de fusion en tube capillaire ouvert

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit deux méthodes de détermination du point de fusion en tube capillaire ouvert, des corps gras d'origines animale et végétale.

- La méthode A est applicable uniquement aux corps gras d'origines animale et végétale solides à température ambiante et qui ne présentent pas un polymorphisme prononcé.
- La méthode B est applicable à tous les corps gras d'origines animale et végétale solides à température ambiante, et est à utiliser pour les corps gras dont le comportement polymorphique est inconnu.

NOTES

1 La méthode A appliquée aux corps gras à polymorphisme prononcé donne des résultats différents et moins satisfaisants que ceux obtenus avec la méthode B.

2 Les corps gras présentant un polymorphisme prononcé sont principalement le beurre de cacao et les corps gras contenant des quantités notables de triacylglycérol insaturé-2, saturé-1,3.

2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 661:1989, *Corps gras d'origines animale et végétale — Préparation de l'échantillon pour essai.*

ISO 5555:1991, *Corps gras d'origines animale et végétale — Échantillonnage.*

3 Définition

Pour les besoins de la présente Norme internationale, la définition suivante s'applique.

3.1 point de fusion (en tube capillaire ouvert): Température à laquelle une colonne de graisse placée dans un tube capillaire ouvert commence à se déplacer dans les conditions opératoires prescrites dans la présente Norme internationale.

4 Principe

Immersion d'un tube capillaire, contenant une colonne d'un corps gras cristallisé dans des conditions contrôlées, à une profondeur spécifiée dans de l'eau dont la température augmente à une vitesse donnée. Enregistrement de la température à laquelle la colonne commence à se déplacer dans le tube capillaire.

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et notamment:

5.1 Tubes capillaires, à parois uniformes, ouverts aux deux extrémités, de 1,0 mm à 1,2 mm de diamètre interne, de 1,3 mm à 1,6 mm de diamètre externe, de 0,15 mm à 0,20 mm d'épaisseur de parois et de 50 mm à 60 mm de longueur.

Contrôler au préalable les diamètres internes et externes des tubes capillaires à l'aide d'un calibre adéquat, tel que celui décrit en figure 1.

Avant utilisation, nettoyer soigneusement les tubes par des lavages successifs avec un mélange d'acide

chromique, d'eau et d'acétone, puis les sécher à l'étuve. Il est recommandé d'utiliser des tubes neufs.

5.2 Thermomètre, gradué en 0,1 °C, étalonné dans la gamme de température des points de fusion présumés.

5.3 Agitateur, électrique.

5.4 Bain de refroidissement, rempli d'eau salée ou d'un autre liquide ne gelant pas, maintenu thermostatiquement à une température de -10 °C à -12 °C ou rempli d'un mélange de glace et de sel (dans la proportion 2:1 en masse) à cette même température.

5.5 Système de chauffage, comportant les éléments suivants:

- a) **manchon à circulation d'eau**, en verre, muni de tubes d'entrée et de sortie, ayant la forme et les dimensions indiquées en figure 2;
- b) **élément de chauffage** permettant de délivrer un faible courant d'eau dont la température peut être contrôlée de façon à augmenter à une vitesse de 0,5 °C/min à 4 °C/min à travers le manchon [a)].

Un exemple de système de chauffage approprié est donné en figure 3.

NOTE 3 D'autres systèmes de chauffage, tels qu'un bain d'eau avec agitateur magnétique et dont la montée à la température spécifiée peut être contrôlée, peuvent également être utilisés.

6 Échantillonnage

L'échantillonnage doit avoir été effectué conformément à l'ISO 5555.

7 Préparation de l'échantillon pour essai

Préparer l'échantillon pour essai conformément à l'ISO 661.

8 Mode opératoire

8.1 Préparation des tubes capillaires pour la méthode A

Faire fondre aussi rapidement que possible une

partie de l'échantillon pour essai, à une température d'au moins 5 °C, mais d'au plus 10 °C, au-dessus de la température à laquelle le corps gras est complètement fondu.

Enfoncer deux tubes capillaires (5.1) dans l'échantillon pour essai fondu de façon à obtenir des colonnes de corps gras de 10 mm ± 2 mm. Immédiatement après le remplissage, essuyer rapidement chaque tube avec un tissu absorbant de façon à éliminer toute trace de corps gras sur sa surface externe. Placer immédiatement, pendant quelques secondes, les tubes capillaires remplis contre un béccher rempli de glace de façon à solidifier le corps gras.

Mettre les tubes dans le bain de refroidissement (5.4) pendant 5 min.

Opérer ensuite selon 8.3.

8.2 Préparation des tubes capillaires pour la méthode B

Faire fondre aussi rapidement que possible une partie de l'échantillon pour essai, à une température d'au moins 5 °C, mais d'au plus 10 °C, au-dessus de la température à laquelle le corps gras est complètement fondu.

Refroidir l'échantillon pour essai fondu, en agitant occasionnellement, jusqu'à une température de 32 °C à 34 °C, puis agiter de façon continue à l'aide de l'agitateur (5.3) en laissant le corps gras refroidir jusqu'à apparition des premiers signes d'un trouble.

Continuer manuellement l'agitation jusqu'à obtention d'une consistance pâteuse et transférer le corps gras dans un béccher de 100 ml, à une température de 17 °C ± 2 °C.

Laisser le corps gras à cette température pendant un minimum de 24 h.

Enfoncer quatre tubes capillaires (5.1) dans le corps gras conditionné de façon à obtenir des colonnes de corps gras de 10 mm ± 2 mm. Essuyer rapidement chaque tube avec un tissu absorbant de façon à éliminer toute trace de corps gras sur sa surface externe.

Conservier les tubes à 17 °C ± 2 °C jusqu'à leur utilisation.

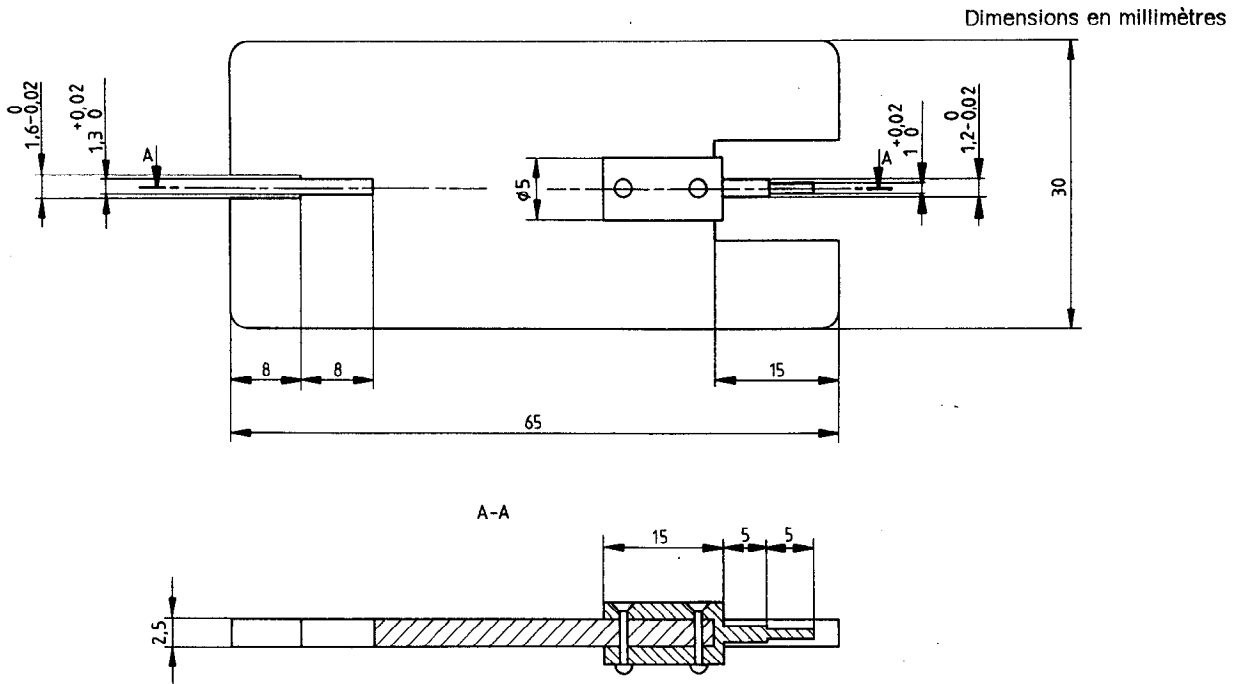


Figure 1 — Calibre pour tubes capillaires

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Dimensions en millimètres

ISO 6321:1991
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/03705617-a9b8-4b35-9060-60711d2f800/iso-6321-1991>

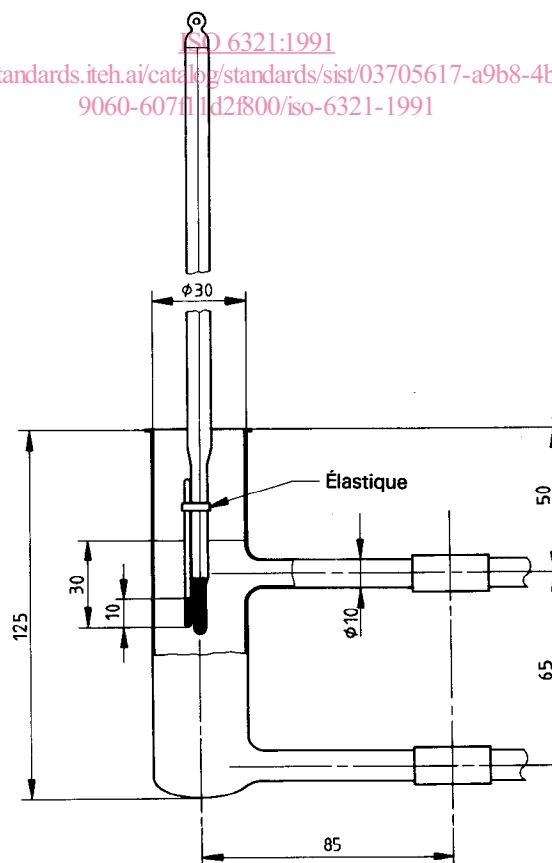


Figure 2 — Manchon à circulation d'eau

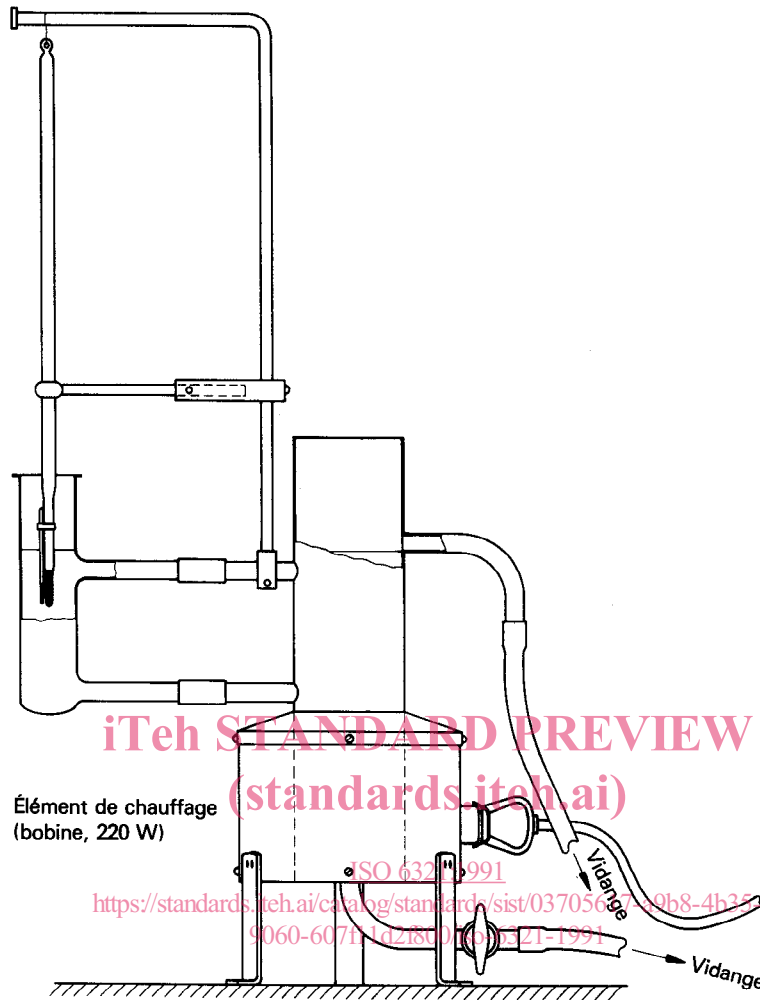


Figure 3 — Exemple de système de chauffage (chauffage par convection naturelle)

8.3 Détermination

8.3.1 Pour la méthode A (8.1) ou pour la méthode B (8.2), attacher, à l'aide d'un élastique (ou par un autre moyen approprié, par exemple une bande de caoutchouc), en prenant soin d'éviter tout transfert de chaleur corporelle au corps gras, deux tubes capillaires préparés au thermomètre (5.2), de manière que les colonnes de graisse soient dans le bas des tubes et coïncident avec le réservoir du thermomètre.

8.3.2 Remplir le manchon à circulation d'eau [5.5a)] et l'élément de chauffage [5.5b)] avec de l'eau bouillie au préalable et refroidie à 15 °C. Bloquer ou suspendre le thermomètre avec les tubes capillaires attachés au centre du manchon, de façon que les extrémités des tubes capillaires soient à 30 mm en dessous de la surface de l'eau.

8.3.3 Mettre en marche le système de chauffage (5.5) pour qu'un faible courant d'eau passe à travers le manchon en le réglant de façon à augmenter la température de l'eau, que l'on mesure à l'aide du thermomètre dans le manchon, d'environ 3 °C/min à 4 °C/min pour la méthode A et 1 °C/min pour la méthode B.

8.3.4 Pour chacun des deux tubes capillaires, noter la température indiquée par le thermomètre dès que le corps gras commence à se déplacer dans le tube.

8.3.5 Noter la moyenne arithmétique des deux lectures obtenues. Pour la méthode A, considérer cette moyenne arithmétique comme résultat d'une seule détermination.

8.3.6 Pour la méthode B, recommencer les opérations décrites en 8.3.1 à 8.3.3 en utilisant les deux tubes restants (8.2) et en diminuant la vitesse de montée de la température à 0,5 °C/min une fois que la température de l'eau est à 5 °C de la lecture

moyenne déterminée en 8.3.5. Pour chacun des deux tubes capillaires, noter la température indiquée par le thermomètre dès que le corps gras commence à se déplacer dans le tube. Enregistrer la moyenne arithmétique des deux lectures obtenues et la considérer comme résultat d'une seule détermination.

8.4 Nombre de déterminations

Effectuer deux déterminations sur le même échantillon pour essai [c'est-à-dire de façon à obtenir deux lectures moyennes avec la méthode A (8.3.5) et deux lectures moyennes finales avec la méthode B (8.3.6)].

9 Expression des résultats

Prendre comme résultat la moyenne arithmétique des deux déterminations.

Donner le résultat à 0,1 °C près.

10 Fidélité

10.1 Résultats statistiques des essais Interlaboratoires

Deux essais interlaboratoires organisés en 1982 et en 1986 sur le plan international par

l'ISO/TC 34/SC 11 avec la participation, respectivement, de 20 laboratoires [chacun d'eux ayant effectué trois déterminations sur chaque échantillon (colonnes 2, 3 et 8)] et de 15 laboratoires [chacun d'eux ayant également effectué trois déterminations sur chaque échantillon (colonnes 4, 5, 6 et 7)], ont donné les résultats statistiques (déterminés selon l'ISO 5725¹⁾) indiqués dans le tableau 1.

10.2 Répétabilité

La différence entre les valeurs de deux déterminations effectuées rapidement l'une après l'autre (ou simultanément), par le même analyste utilisant le même appareillage sur le même échantillon pour essai, ne doit pas dépasser 0,5 °C pour la méthode A, et 1,0 °C pour la méthode B.

11 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit indiquer quelle méthode a été utilisée (c'est-à-dire ISO 6321, méthode A ou B) et le résultat obtenu. Il doit, en outre, mentionner tous les détails opératoires non prévus dans la présente Norme internationale, ou facultatifs, ainsi que les incidents éventuels susceptibles d'avoir agi sur le résultat.

Le rapport d'essai doit donner tous les renseignements nécessaires à l'identification complète de l'échantillon.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/03705617-a9b8-4b35-9060-607f11236006/iso-6321-1991>

Tableau 1

| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 |
|--|-----------|----------------|-----------------|-------|------------------|------------------|------------------|
| | Méthode A | | Méthode B | | | | |
| | Palmiste | Soja hydrogéné | Beurre de cacao | Palme | Coprah hydrogéné | Palme hydrogénée | Palme hydrogénée |
| Nombre de laboratoires retenus après élimination des aberrants | 18 | 18 | 14 | 14 | 13 | 13 | 18 |
| Moyenne (°C) | 27,6 | 35,4 | 31,4 | 36,3 | 37,1 | 45,5 | 47,5 |
| Écart-type de répétabilité, s_r (°C) | 0,15 | 0,14 | 0,29 | 0,35 | 0,30 | 0,13 | 0,15 |
| Coefficient de variation de répétabilité | 0,5 % | 0,4 % | 0,9 % | 1,0 % | 0,8 % | 0,3 % | 0,3 % |
| Répétabilité, $2,8 s_r$ (°C) | 0,4 | 0,4 | 0,8 | 1,0 | 0,8 | 0,4 | 0,4 |
| Écart-type de reproductibilité, s_R (°C) | 0,31 | 0,75 | 2,0 | 2,5 | 0,9 | 0,5 | 0,77 |
| Coefficient de variation de reproductibilité | 1,1 % | 2,1 % | 6,4 % | 6,9 % | 2,5 % | 1,1 % | 1,7 % |
| Reproductibilité, $2,8 s_R$ (°C) | 0,9 | 2,1 | 5,7 | 7,1 | 2,6 | 1,4 | 2,2 |

1) ISO 5725:1986, *Fidélité des méthodes d'essai — Détermination de la répétabilité et de la reproductibilité d'une méthode d'essai normalisée par essais interlaboratoires.*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6321:1991

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/03705617-a9b8-4b35-9060-607f11d2f800/iso-6321-1991>

CDU 665.2/.3:536.421.1.08:532.66

Descripteurs: produit agricole, produit alimentaire, corps gras animal, corps gras végétal, huile animale, huile végétale, essai, détermination, point de fusion.

Prix basé sur 5 pages
