Norme internationale ISO 6463

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION•МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ•ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

Corps gras d'origines animale et végétale — Dosage du butylhydroxyanisol (BHA) et du butylhydroxytoluène (BHT) — Méthode par chromatographie en phase gazeuse

Animal and vegetable fasts and oils — Determination of butylhydroxyanisole (BHA) and butylhydroxytoluene (BHT) — Gas-liquid chromatographic method

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Première édition — 1982-09-01

ISO 6463:1982
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/af7aa5fb-a889-4ee4-b792-c050ae61b2aa/iso-6463-1982

CDU 664.3 : 543.544.45 : 547.53 **Réf. nº : ISO 6463-1982 (F)**

Descripteurs : produit agricole, corps gras animal, corps gras végétal, détermination, antioxydants, chromatographie en phase gazeuse.

Prix basé sur 3 pages

ISO 6463-1982 (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 confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique correspondant. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO, participent également aux travaux.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes internationales par le Conseil de l'ISO.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

La Norme internationale ISO 6463 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits agricoles alimentaires*, et a été soumise aux comités membres en mars 1981.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

ISO 6463:1982
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/af7aa5fb-a889-4ee4-b792-c050ae61b2aa/iso-6463-1982

Afrique du Sud, Rép. d'	Inde	Roumanie
Allemagne, R. F.	Iran	Royaume-Uni
Australie	Iraq	Sri Lanka
Autriche	Israël	Tchécoslovaquie
Canada	Italie	Thaïlande
Chili	Kenya	Turquie
Corée, Rép. de	Mexique	URSS
Égypte, Rép. arabe d'	Nouvelle-Zélande	USA
Éthiopie	Pays-Bas	Yougoslavie
France	Portugal	
Hongrie	République dominicaine	

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

Cette Norme internationale a également été approuvée par l'Union internationale de chimie pure et appliquée (UICPA).

© **Organisation internationale de normalisation, 1982** ●

Imprimé en Suisse

Corps gras d'origines animale et végétale — Dosage du butylhydroxyanisol (BHA) et du butylhydroxytoluène (BHT) — Méthode par chromatographie en phase gazeuse

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de dosage, par chromatographie en phase gazeuse, du butylhydroxyanisol (*tert*-butyl-méthoxy-4 phénol) (BHA) et du butylhydroxytoluène (di-*tert*-butyl-2,6 méthyl-4 phénol) (BHT), utilisés comme antioxygènes, dans les corps gras d'origines animale et végétale.

NOTE — La présente méthode permet également de doser la tertiobutylhydroquinone (TBHQ).

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

2 Référence

ISO 5558, *Corps gras d'origines animale et végétale — Recherche et identification des antioxygènes — Méthode par chromatographie en couche mince.*

ISO 6463:1982
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/af7aa51b-a889-4ee4-b792-c090ac61b2aa/iso-6463-1982

3 Principe

Dissolution du corps gras dans un solvant approprié et injection directe dans un chromatographe en phase gazeuse, et utilisation de la méthode de l'étalonnage interne.

4 Réactifs

4.1 Gaz vecteur : gaz inerte (tel que azote, hélium ou argon) soigneusement desséché et contenant moins de 10 mg d'oxygène par kilogramme.

4.2 Gaz auxiliaires :

— hydrogène, de pureté 99,9 % minimum, ne contenant pas de produits organiques;

— air ou oxygène, ne contenant pas de produits organiques.

4.3 Dichlorométhane ou, à défaut, **sulfure de carbone** ne contenant pas d'impuretés interférant dans le dosage du BHA ou du BHT par chromatographie en phase gazeuse.

PRÉCAUTION : Le dichlorométhane et le sulfure de carbone sont toxiques. De plus, le sulfure de carbone est très volatil et explosif et son utilisation nécessite des précautions spéciales.

4.4 Undécanoate de méthyle, pureté 99 % min.

4.5 Butylhydroxyanisol, pureté 98 % min.

4.6 Butylhydroxytoluène, pureté 98 % min.

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et notamment :

5.1 Chromatographe en phase gazeuse, avec **détecteur à ionisation de flamme** et **enregistreur**, comprenant :

5.1.1 Dispositif d'injection, équipé d'un des systèmes suivants, en vue de retenir la matière grasse peu volatile :

a) une précolonne remplie de laine de verre siliconée ou de billes de verre;

b) un manchon tapissé de laine de verre siliconée placé dans l'injecteur (uniquement dans le cas d'un injecteur horizontal).

5.1.2 Colonne, en acier inoxydable ou en verre, permettant une bonne séparation du BHA et du BHT, d'environ 2 m de long et de 2 à 4 mm de diamètre intérieur, remplie par exemple avec 10 % de méthylpolysiloxanes[1] sur brique pilée lavée aux acides et silylée[2].

1) DC 200 [de viscosité cinématique 1,25 m^2/s (12 500 cSt)] convient.

2) Gas/Chrom Q, dimension des particules 150 à 180 µm (80 à 100 mesh) convient.

5.2 Fioles jaugées, de capacités 10, 20 et 100 ml.

5.3 Pipettes graduées, de capacités 1 et 2 ml.

5.4 Balance analytique.

6 Recherche

Voir ISO 5558.

7 Mode opératoire

7.1 Réglage de l'appareil

7.1.1 Dispositif d'injection

— Température : 250 °C

Le manchon ou la précolonne (5.1.1) doit être changé après une journée d'analyse et conditionné à la température d'essai pendant une nuit.

NOTE — Vérifier le bon état du manchon ou de la précolonne en passant de temps en temps, au chromatographe, un corps gras de composition connue.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 6463:1982
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/af7aa5fb-a889-4ee4-8792-c050ae61b2aa/iso-6463-1982

7.1.2 Four et colonne

— Température en conditions isothermes : 160 °C

— Débit du gaz vecteur : la valeur optimale est à fixer par l'opérateur.

Avant la première utilisation, les colonnes remplies sont conditionnées pendant 24 h à 220 °C en présence du gaz vecteur.

7.1.3 Détecteur

— Température : 250 °C

— Débit des gaz auxiliaires :

hydrogène : environ 20 ml/min

air ou oxygène : selon les prescriptions du constructeur.

7.2 Étalonnage

7.2.1 Méthode

Utiliser la méthode dite de l'étalonnage interne, dans laquelle une quantité connue d'un produit connu, dont le pic correspondant n'interfère pas avec les autres pics, est ajoutée à l'échantillon. La mesure des pics des différents constituants, corrigée à l'aide de leurs coefficients d'étalonnage respectifs, est comparée à celle du pic du produit connu ajouté.

7.2.2 Mélanges étalons

7.2.2.1 Étalon interne

Utiliser comme étalon interne une solution à 30 µg/ml d'undécanoate de méthyle préparée comme suit.

Peser, à 0,1 mg près, 30 mg d'undécanoate de méthyle (4.4) dans une fiole jaugée de 100 ml (5.2). Compléter et ajuster à 100 ml avec le solvant (4.3). Prélever à la pipette (5.3) 2 ml de la solution précédente et compléter au trait repère dans une fiole jaugée de 20 ml (5.2) avec le solvant.

7.2.2.2 Solutions étalons d'antioxygènes

Peser, à 0,1 mg près, exactement 100 mg d'antioxygène (BHA ou BHT) (4.5 ou 4.6), dans une fiole jaugée de 100 ml (5.2). Compléter au trait repère avec le solvant (4.3). Prélever à la pipette (5.3) 1 ml de la solution précédente et compléter au trait repère dans une fiole jaugée de 10 ml (5.2) avec le solvant.

Dans une série de cinq fioles jaugées de 10 ml (5.2), introduire à l'aide d'une pipette graduée de 2 ml (5.3), respectivement 0,2 — 0,5 — 0,8 — 1 et 1,2 ml de la solution d'antioxygène. Ajouter à l'aide d'une pipette, dans chaque fiole jaugée, 2 ml de l'étalon interne (7.2.2.1) et compléter au trait repère avec le solvant.

Les cinq solutions préparées contiennent respectivement 2, 5, 8, 10 et 12 µg d'antioxygène par millilitre.

NOTE — Vérifier par un essai à blanc qu'il n'y a pas d'interférences avec l'undécanoate de méthyle. Dans le cas contraire, on pourra utiliser le myristate de méthyle comme étalon interne.

7.2.3 Détermination du coefficient d'étalonnage et établissement de la courbe d'étalonnage

Injecter chaque solution (7.2.2.2) dans le chromatographe et calculer le coefficient de proportionnalité K au moyen de la formule

$$K = \frac{A_a}{A_s} \times \frac{m_s}{m_a}$$

où

A_a est l'aire du pic correspondant à l'antioxygène;

A_s est l'aire du pic correspondant à l'étalon interne;

m_a est la masse, en grammes, de l'antioxygène dans la solution étalon;

m_s est la masse, en grammes, de l'étalon interne ajouté.

Si nécessaire, tracer la courbe ayant, comme ordonnées, le rapport de l'aire du pic correspondant à l'antioxygène à l'aire du pic correspondant à l'étalon interne et, comme abscisses, la concentration de l'antioxygène dans la solution injectée.

7.3 Détermination

Peser, à 1 mg près, 1 g de la matière grasse à analyser et la transférer dans une fiole jaugée de 10 ml (5.2), ajouter 2 ml d'étalon interne (7.2.2.1) et compléter au trait repère avec le solvant (4.3).

Opérer en ayant bien soin de boucher à chaque fois la fiole jaugée.

Injecter 1 à 7 µl du mélange dans le chromatographe.

8 Expression des résultats

La teneur en BHA ou en BHT, exprimée en miligrammes par kilogramme de produit (ppm), est égale à

$$\frac{m_s \times A_a}{m \times A_s \times K}$$

où

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai (7.3);

m_s est la masse, en microgrammes, d'étalon interne ajouté (environ 60 µg);

A_a est l'aire du pic correspondant à l'antioxygène;

A_s est l'aire du pic correspondant à l'étalon interne;

K est le coefficient de proportionnalité relatif à l'antioxygène par rapport à l'étalon interne.

9 Procès-verbal d'essai

Le procès-verbal d'essai doit indiquer la méthode utilisée et les résultats obtenus. 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 les résultats.

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

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6463:1982
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/af7aa5fb-a889-4ee4-b792-c050ae61b2aa/iso-6463-1982

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6463:1982
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/af7aa5fb-a889-4ee4-b792-c050ae61b2aa/iso-6463-1982

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6463:1982
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/af7aa5fb-a889-4ee4-b792-c050ae61b2aa/iso-6463-1982

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6463:1982
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/af7aa5fb-a889-4ee4-b792-c050ae61b2aa/iso-6463-1982