
Norme internationale



6656

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

Corps gras d'origines animale et végétale — Dosage des polymères de type polyéthylène

Animal and vegetable fats and oils — Determination of polyethylene-type polymers

Première édition — 1984-12-15

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 6656:1984](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6734fe9b-6501-4b23-bbbd-9b3bb5d3f4ac/iso-6656-1984)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6734fe9b-6501-4b23-bbbd-9b3bb5d3f4ac/iso-6656-1984>

CDU 664.3 : 543.86 : 678.742

Réf. n° : ISO 6656-1984 (F)

Descripteurs : produit agricole, corps gras animal, corps gras végétal, huile végétale, huile animale, analyse chimique, dosage, polyéthylène, polymère.

Prix basé sur 3 pages

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 créé à cet effet. 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. Les Normes internationales sont approuvées conformément aux procédures de l'ISO qui requièrent l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 6656 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits agricoles alimentaires*.

[ISO 6656:1984](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6734fe9b-6501-4b23-bbbd-9b3bb5d3f4ac/iso-6656-1984)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6734fe9b-6501-4b23-bbbd-9b3bb5d3f4ac/iso-6656-1984>

Corps gras d'origines animale et végétale — Dosage des polymères de type polyéthylène

0 Introduction

La présence de polymères de type polyéthylène, ayant pour origine les matériaux d'emballage, peut entraîner de graves ennuis lors du traitement des matières grasses, car ceux-ci peuvent conduire à des dépôts et des colmatages des filtres, des blocages des vannes, etc. et à l'apparition de petits grains colorés en savonnerie.

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale décrit la méthode de référence pour la détermination des polymères de type polyéthylène, dans les corps gras d'origines animale et végétale.

En dessous de 50 mg de polymères par kilogramme, la fidélité de la méthode est notoirement insuffisante (voir les résultats du suif 1 en 9.2).

NOTE — Cette méthode est utilisée en particulier avec les corps gras d'origine animale.

2 Référence

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

3 Définition

Dans le cadre de la présente Norme internationale, la définition suivante est applicable.

polymères de type polyéthylène : Substances étrangères aux corps gras, solubles dans le tétrachloréthylène bouillant, tels les polyéthylènes, qui ont pour origine les matériaux d'emballage.

4 Principe

Après traitement acide pour décomposer les savons éventuellement présents, dissolution d'une prise d'essai dans le chloroforme (qui laisse les polymères de type polyéthylène en suspension) et filtration à travers un creuset filtrant garni d'un lit d'adjuvant de filtration. Lavage du creuset et de son contenu, séchage et pesée. Extraction des polymères de type polyéthylène à partir de l'insoluble par du tétrachloréthylène bouillant. Séchage du creuset et de son contenu et nouvelle pesée.

5 Réactifs

Tous les réactifs utilisés doivent être de qualité analytique reconnue. L'eau utilisée doit être de l'eau distillée ou de l'eau de pureté au moins équivalente.

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

5.2 Acétone.

5.3 Chloroforme.

5.4 Tétrachloréthylène.

5.5 Acide chlorhydrique, solution éthanolique.

Mélanger 1 volume d'acide chlorhydrique ($\rho_{20} = 1,19$ g/ml) avec 9 volumes d'éthanol à 95 % (V/V).

5.6 Adjuvant de filtration du type terre de diatomées, lavé aux acides.

6 Appareillage

AVERTISSEMENT — Le matériel en matière plastique peut être attaqué par les solvants (en particulier le chloroforme ou le tétrachloréthylène). Des précautions doivent être prises pour s'assurer que les solvants utilisés ne viennent pas en contact avec des plastiques.

Matériel courant de laboratoire, et notamment

6.1 Bêcher, de 1 000 ml de capacité.

6.2 Fioles à filtrer, de 250 et 1 000 ml de capacités.

6.3 Creuset filtrant, de porosité P 40 (16 à 40 μ m).

6.4 Dessiccateur.

6.5 Agitateur magnétique, avec plaque chauffante.

6.6 Étuve, réglable à 103 ± 2 °C.

6.7 Balance analytique.

7 Échantillonnage

Voir ISO 5555.

Les polymères étant souvent répartis de façon hétérogène dans un lot, il est nécessaire d'opérer avec un soin particulier pour obtenir des échantillons représentatifs.

8 Mode opératoire

AVERTISSEMENT — Éviter le contact des réactifs avec la peau. Ne pas respirer les vapeurs. Effectuer toutes les opérations sous une hotte convenable.

8.1 Préparation de l'échantillon pour essai

Porter l'échantillon de corps gras à 110 à 120 °C. L'agiter pendant 3 ou 4 min afin d'obtenir une homogénéisation complète.

8.2 Prise d'essai

Dans un bécher de 1 000 ml (6.1) peser, à 0,1 g près, environ 100 g de l'échantillon pour essai (8.1).

NOTE — Pour des échantillons présumés contenir plus de 500 mg de polymères de type polyéthylène par kilogramme, la prise d'essai peut être réduite à 50 g.

8.3 Traitement acide

Ajouter 75 ml de la solution éthanolique d'acide chlorhydrique (5.5) à la prise d'essai, couvrir le bécher et agiter avec l'agitateur magnétique (6.5) pendant 5 min à 60 à 70 °C.

Refroidir au-dessous de 35 °C, puis ajouter 270 ml de chloroforme (5.3) et mélanger jusqu'à dissolution du corps gras (la solution peut ne pas être limpide). Ajouter 1,0 g d'adjuvant de filtration (5.6) mis en suspension dans 30 ml de chloroforme (pour éviter la formation de grumeaux).

8.4 Détermination

8.4.1 Préparer un lit filtrant en mettant en suspension environ 0,5 g d'adjuvant de filtration (5.6) dans 30 ml de chloroforme (5.3) et en filtrant à travers le creuset (6.3). Filtrer dans une fiole à filtrer de 1 000 ml (6.2) le contenu du bécher préalablement agité, en s'aidant si nécessaire d'une aspiration.

8.4.2 Laver le bécher avec environ 50 ml de chloroforme et le faire passer lentement à travers le lit filtrant en s'aidant d'une aspiration et en laissant le niveau du chloroforme dans le creuset à 5 mm au-dessus du lit filtrant. Répéter le lavage avec 50 ml de méthanol (5.1) en prenant les mêmes précautions.

8.4.3 Répéter dans les mêmes conditions les opérations de lavage, en lavant le creuset alternativement avec du chloroforme et du méthanol (par portions de 50 ml) jusqu'à utilisation d'un total de 150 ml de chloroforme et de 100 ml de méthanol. Poursuivre l'aspiration jusqu'à ce que le creuset soit sec.

8.4.4 Laver la partie inférieure du creuset avec du chloroforme. Laver deux fois, en s'aidant d'une aspiration, le contenu

du creuset avec 25 ml d'acétone (5.2) pour éliminer l'eau adsorbée. Aspirer de l'air à travers le creuset pendant 1 min.

8.4.5 Lorsque le creuset paraît sec, le placer dans l'étuve (6.6) réglée à 103 ± 2 °C et l'y laisser séjourner pendant 15 à 30 min.

8.4.6 Laisser refroidir le creuset dans le dessiccateur (6.4) pendant 30 min et peser à 0,1 mg près. Répéter le séchage, le refroidissement et la pesée, jusqu'à ce que la différence entre deux pesées consécutives ne dépasse pas 1 mg. Noter la masse obtenue (m_1).

8.4.7 Porter, à nouveau, le creuset et son contenu à 103 ± 2 °C et laver le contenu du creuset avec 25 ml de tétrachloréthylène bouillant (5.4), si possible sans aspiration, et en utilisant une fiole à filtrer de 250 ml (6.2) propre et sèche pour recueillir le filtrat. Laver quatre fois encore avec des portions de 25 ml de tétrachloréthylène bouillant, et aspirer l'air à travers le creuset pendant 2 min.

8.4.8 Laver le creuset avec 50 ml d'acétone (5.2) afin d'éliminer les traces de tétrachloréthylène et aspirer l'air à travers le creuset pendant 2 min.

8.4.9 Placer le creuset dans l'étuve (6.6) réglée à 103 ± 2 °C et l'y laisser séjourner pendant 15 à 30 min. Le laisser refroidir dans le dessiccateur (6.4) pendant 30 min et peser à 0,1 mg près.

8.4.10 Répéter les lavages avec du tétrachloréthylène bouillant (voir 8.4.7) et de l'acétone (voir 8.4.8) ainsi que le séchage, le refroidissement et la pesée (voir 8.4.9), jusqu'à ce que la différence entre deux pesées consécutives ne dépasse pas 1 mg. Noter la masse obtenue (m_2).

8.5 Nombre de déterminations

Effectuer deux déterminations sur le même échantillon pour essai.

9 Expression des résultats

9.1 Mode de calcul et formule

La teneur en polymères de type polyéthylène, exprimée en milligrammes par kilogramme, est égale à

$$\frac{m_1 - m_2}{m_0} \times 10^6$$

où

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai (7.2);

m_1 est la masse, en grammes, du creuset et de l'insoluble avant extraction (8.4.6);

m_2 est la masse, en grammes, du creuset et de l'insoluble après extraction (8.4.10).

Prendre comme résultat la moyenne arithmétique des valeurs obtenues dans les deux déterminations.

9.2 Fidélité

Un essai interlaboratoire organisé sur le plan international avec la participation de 10 laboratoires, chacun d'eux ayant effectué un nombre variable de déterminations, a donné les résultats statistiques (déterminés selon l'ISO 5725¹⁾) indiqués dans le tableau.

10 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.

Tableau

Résultats exprimés en milligrammes par kilogramme

	Suif 1	Suif 2
Nombre de laboratoires retenus après élimination des aberrants	10	9
Moyenne	41	184
Écart-type de répétabilité (s_r)	8	15
Coefficient de variation de répétabilité	20 %	8,4 %
Répétabilité ($2,83 \times s_r$)	23	44
Écart-type de reproductibilité (s_R)	14	33
Coefficient de variation de reproductibilité	34 %	18 %
Reproductibilité ($2,83 \times s_R$)	39	92

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6656:1984

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6734fe9b-6501-4b23-bbbd-9b3bb5d3f4ac/iso-6656-1984>

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

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6656:1984

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6734fe9b-6501-4b23-bbbd-9b3bb5d3f4ac/iso-6656-1984>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6656:1984

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6734fe9b-6501-4b23-bbbd-9b3bb5d3f4ac/iso-6656-1984>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6656:1984

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6734fe9b-6501-4b23-bbbd-9b3bb5d3f4ac/iso-6656-1984>