

NORME INTERNATIONALE

**ISO
6885**

Première édition
1988-07-01



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

Corps gras d'origines animale et végétale — Détermination de l'indice d'anisidine

Animal and vegetable fats and oils — Determination of anisidine value

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 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 6885 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits agricoles alimentaires*.

Corps gras d'origines animale et végétale — Détermination de l'indice d'anisidine

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination de l'indice d'anisidine qui est une mesure de la quantité d'aldéhydes (principalement alkène-2 als) présents dans les corps gras d'origines animale et végétale.

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 de cette norme, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur cette 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 : 1980, *Corps gras d'origines animale et végétale — Préparation de l'échantillon pour essai*.

ISO 5555 : 1983, *Corps gras d'origines animale et végétale — Échantillonnage*.

3 Définition

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

indice d'anisidine : Cent fois l'augmentation d'absorbance d'une solution d'essai, mesurée à une longueur d'onde de 350 nm dans une cuve de 10 mm, après réaction avec la *p*-anisidine dans les conditions de l'essai.

NOTE — En pratique, l'indice d'anisidine est calculé sur la base de 1 g d'échantillon pour essai dans 100 ml de solution.

4 Principe

Préparation d'une solution d'essai dans le triméthyl-2,2,4 pentane (iso-octane). Réaction avec une solution de *p*-anisidine dans l'acide acétique et mesure de l'augmentation d'absorbance à 350 nm. Calcul de l'indice d'anisidine.

5 Réactifs

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique et l'eau utilisée doit être de l'eau distillée ou de pureté équivalente.

5.1 Sulfate de sodium (Na_2SO_4), anhydre.

5.2 Triméthyl-2,2,4 pentane (iso-octane), ayant une absorbance nulle dans la gamme de longueurs d'onde 300 nm à 380 nm.

5.3 Réactif à l'anisidine

5.3.1 Méthoxy-4 aniline (*p*-anisidine), en cristaux de couleur crème anhydres.

Avertissement : La *p*-anisidine est toxique et l'on doit éviter tout contact de celle-ci avec la peau.

La conserver à l'obscurité entre 0 °C et 4 °C dans une bouteille sombre.

Aucune coloration (grise ou rose) ne doit être observée, sinon purifier la *p*-anisidine comme indiqué ci-après.

Dissoudre 4 g de *p*-anisidine dans 100 ml d'eau à 75 °C. Ajouter 0,5 g de sulfite de sodium (Na_2SO_3) et 2 g de charbon actif, agiter pendant 5 min et filtrer sur un papier-filtre à filtration moyenne, de façon à obtenir une solution claire. Refroidir le filtrat à 0 °C et le laisser à cette température pendant au moins 4 h. Filtrer les cristaux, de préférence sous pression réduite, et les laver avec un peu d'eau à environ 0 °C. Sécher, sous pression réduite, dans un dessiccateur garni d'un déshydratant efficace.

5.3.2 Acide acétique cristallisable, de teneur en eau inférieure à 0,1 % (*m/m*).

5.3.3 Préparation

Préparer la quantité minimale de réactif nécessaire à l'analyse, compte tenu de la toxicité du produit et de son temps de conservation limité. À titre d'exemple, préparer 50 ml de réactif comme suit.

Dans une fiole jaugée de 50 ml, dissoudre 0,125 g de *p*-anisidine (5.3.1) dans l'acide acétique cristallisable (5.3.2) et

compléter au trait repère avec le même solvant, en évitant une exposition sous une forte lumière. Si possible, préparer le réactif le jour de son utilisation, sinon le conserver à l'obscurité entre 0 °C et 4 °C dans une bouteille sombre.

Vérifier l'absorbance avant utilisation et éliminer le réactif si elle est supérieure à 0,2. De toute façon, éliminer tout réactif 3 jours après sa préparation.

6 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et notamment

6.1 Spectromètre, à simple ou double faisceau, équipé de cuves de 10 mm d'épaisseur, permettant d'effectuer les mesures à une longueur d'onde de 350 nm.

NOTE — Si un spectromètre à double faisceau est employé, il est recommandé d'utiliser une paire de cuves identiques de 10 mm.

6.2 Fioles jaugées, de 25 ml de capacité.

6.3 Tubes à essais, de 10 ml de capacité, munis de bouchons en verre rodé.

6.4 Pipettes, de 1 et 5 ml de capacité, munies d'un système d'aspiration de sécurité.

7 Échantillonnage

Voir ISO 5555.

8 Préparation de l'échantillon pour essai

Voir ISO 661.

Si la teneur en eau de l'échantillon est supérieure à 0,10 % (*m/m*), celui-ci doit être desséché en utilisant le mode opératoire suivant.

Ajouter du sulfate de sodium anhydre (5.1) dans la proportion de 1 g à 2 g pour 10 g d'échantillon soigneusement mélangé, à une température ne dépassant pas de plus de 10 °C le point de fusion dans le cas d'une graisse. Mélanger soigneusement et filtrer, en maintenant la température pour éviter une solidification.

NOTE — Il est essentiel d'éviter toute prise d'humidité extérieure au cours du mode opératoire, car elle peut affecter la réaction d'équilibre durant laquelle l'eau est produite.

9 Mode opératoire

9.1 Prise d'essai et préparation de la solution d'essai

Peser, à 1 mg près, une quantité d'échantillon pour essai (chapitre 8) suffisante (les échantillons solides doivent être préchauffés à 10 °C au dessus de leur point de fusion) directement

dans une fiole jaugée de 25 ml. La dissoudre dans 5 à 10 ml de triméthyl-2,2,4 pentane (5.2) et compléter au trait repère avec ce solvant.

NOTE — L'importance de la prise d'essai dépend de la qualité de l'échantillon et des caractéristiques du spectromètre utilisé et doit être choisie de façon à éviter des lectures proches des extrémités inférieure et supérieure de l'échelle. Elle est, en général, de 0,4 g à 4,0 g.

9.2 Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc parallèlement à la détermination suivant le même mode opératoire, en utilisant les mêmes quantités de tous les réactifs que pour la détermination, mais en utilisant 5 ml de triméthyl-2,2,4 pentane à la place de la solution d'essai.

9.3 Détermination

9.3.1 Développement de la coloration

Transférer, à la pipette (6.4), 5 ml de la solution d'essai (9.1) dans un tube à essais (6.3). Ajouter, à la pipette, dans le tube à essais, 1 ml de réactif à l'anisidine (5.3), boucher et secouer. Conserver le tube à essais à l'obscurité, à 23 °C ± 1 °C, pendant environ 8 min.

Verser la solution dans une cuve du spectromètre, sèche et propre. Après un temps total de réaction de 10 min ± 1 min à partir de l'addition du réactif à l'anisidine, suivre le mode opératoire spécifié soit en 9.3.2, soit en 9.3.3.

9.3.2 Spectromètre à double faisceau

Mesurer à 350 nm l'absorbance de la solution d'essai ayant réagi (9.3.1) par rapport à l'essai à blanc (9.2).

Vider, nettoyer et sécher la cuve de la solution ayant réagi et l'utiliser pour mesurer l'absorbance de la solution d'essai n'ayant pas réagi (9.1) par rapport à l'essai à blanc.

9.3.3 Spectromètre à simple faisceau

Mesurer à 350 nm les absorbances de la solution d'essai ayant réagi (9.3.1), de l'essai à blanc (9.2) et de la solution d'essai n'ayant pas réagi (9.1) par rapport au triméthyl-2,2,4 pentane (5.2).

On peut également mesurer les absorbances des solutions d'essai ayant réagi et n'ayant pas réagi par rapport à l'essai à blanc (9.2).

9.3.4 Gamme d'absorbance

Si l'absorbance mesurée n'est pas dans la gamme 0,2 à 0,8, recommencer la détermination (9.3.2 ou 9.3.3) avec une quantité d'échantillon modifiée.

9.4 Nombre de déterminations

Effectuer deux déterminations sur des prises d'essai prélevées sur le même échantillon pour essai.

10 Expression des résultats

10.1 Mode de calcul

10.1.1 Avec un spectromètre à double faisceau et, pour la mesure alternative avec un spectromètre à simple faisceau, l'indice d'anisidine de l'échantillon est égal à

$$\frac{25 (1,2 A_1 - A_0)}{m}$$

où

A_0 est l'absorbance de la solution d'essai n'ayant pas réagi, mesurée par rapport à l'essai à blanc;

A_1 est l'absorbance de la solution d'essai ayant réagi, mesurée par rapport à l'essai à blanc;

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai.

10.1.2 Avec un spectromètre à simple faisceau dans le premier cas, l'indice d'anisidine de l'échantillon est égal à

$$\frac{25 [1,2 (A_1 - A_2) - A_0]}{m}$$

où

A_0 est l'absorbance de la solution d'essai n'ayant pas réagi, mesurée par rapport au triméthyl-2,2,4 pentane;

A_1 est l'absorbance de la solution d'essai ayant réagi, mesurée par rapport au triméthyl-2,2,4 pentane;

A_2 est l'absorbance de l'essai à blanc, mesurée par rapport au triméthyl-2,2,4 pentane;

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai.

10.1.3 Prendre comme résultat la moyenne arithmétique des deux déterminations (9.4) si les conditions de répétabilité (10.2) sont remplies.

Donner le résultat avec une décimale.

10.2 Fidélité

10.2.1 Résultats des essais interlaboratoires

Un essai interlaboratoire organisé en 1986 sur le plan international par FOSFA International avec la participation de 23 laboratoires, chacun d'eux ayant effectué deux déterminations sur chaque échantillon, a donné les résultats statistiques (déterminés selon l'ISO 5725¹⁾) indiqués dans le tableau 1.

10.2.2 Répétabilité

En application des résultats ci-dessus (10.2.1), pour un indice d'anisidine aux environs de 2, 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 0,3 (en valeur absolue).

10.2.3 Reproductibilité

En application des résultats ci-dessus (10.2.1), pour un indice d'anisidine aux environs de 2, la différence entre les valeurs du résultat final obtenues par deux laboratoires utilisant la présente méthode pour l'analyse du même échantillon pour laboratoire, ne doit pas dépasser 2,0 (en valeur absolue).

11 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit indiquer la méthode utilisée 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.

Tableau 1

Échantillon	Huile de colza non raffinée A	Huile de colza non raffinée B	Huile de palme raffinée C	Huile de palme raffinée D
Nombre de laboratoires retenus après élimination des aberrants	20	20	20	20
Moyenne	2,0	2,0	2,3	2,3
Écart-type de répétabilité, s_r	0,08	0,12	0,11	0,10
Coefficient de variation de répétabilité	4,1 %	5,8 %	4,8 %	4,6 %
Répétabilité, $2,83 s_r$	0,2	0,3	0,3	0,3
Écart-type de reproductibilité, s_R	0,71	0,73	0,70	0,69
Coefficient de variation de reproductibilité	35 %	37 %	30 %	31 %
Reproductibilité, $2,83 s_R$	2,0	2,1	2,0	2,0

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 6885:1988

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ea23f2ef-0acb-4125-a3a8-c3975d5b8975/iso-6885-1988>

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 6885:1988

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e423f2ef-0acb-4125-a3a8-c3975d5b8975/iso-6885-1988>