

# NORME INTERNATIONALE

ISO  
7366

Première édition  
1987-06-01



---

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

---

## Corps gras d'origines animale et végétale — Dosage des mono-1 glycérides et du glycérol libre

*Animal and vegetable fats and oils — Determination of 1-monoglycerides and free glycerol  
contents*

**(standards.iteh.ai)**

[ISO 7366:1987](#)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/688b5912-3222-4397-  
bed9-8a7f056622bc/iso-7366-1987](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/688b5912-3222-4397-bed9-8a7f056622bc/iso-7366-1987)

Numéro de référence  
ISO 7366:1987 (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 normalement 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 7366 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits agricoles alimentaires*.

[ISO 7366:1987](#)

L'attention des utilisateurs est attirée sur le fait que toutes les Normes internationales sont de temps en temps soumises à révision et que toute référence faite à une autre Norme internationale dans le présent document implique qu'il s'agit, sauf indication contraire, de la dernière édition.

# Corps gras d'origines animale et végétale — Dosage des mono-1 glycérides et du glycérol libre

## 1 Objet

La présente Norme internationale spécifie une méthode de dosage des mono-1 glycérides et du glycérol libre, consécutivement sur la même prise d'essai.

## 2 Domaine d'application

Elle est applicable aux corps gras d'origines animale et végétale, et à des produits provenant d'une interestérification de corps gras et d'acides gras avec le glycérol.

La méthode est également applicable à des produits provenant d'une inter-estérification de corps gras et d'acides gras avec le glycérol.

Elle n'est pas applicable lorsque l'échantillon contient

- a) en plus des mono-1 glycérides : des substances polyhydriques solubles dans le chloroforme, présentant au moins deux groupes hydroxyles voisins;
- b) en plus du glycérol libre : des substances polyhydriques solubles dans l'eau, présentant au moins deux groupes hydroxyles voisins.

## 3 Référence

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

## 4 Principe

Dissolution d'une prise d'essai dans le chloroforme. Extraction du glycérol libre de la solution ainsi obtenue, par une solution d'acide acétique. Oxydation des mono-1 glycérides dans la solution de chloroforme par un excès d'une solution d'acide periodique. Addition d'iodure de potassium et titrage de l'iode libéré par une solution titrée de thiosulfate de sodium.

Oxydation du glycérol libre dans la solution aqueuse par un excès de solution d'acide periodique. Addition d'iodure de potassium et titrage de l'iode libéré par une solution titrée de thiosulfate de sodium.

## 5 Réactifs

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

### 5.1 Chloroforme.

### 5.2 Acide acétique, solution à 5 % (V/V).

### 5.3 Acide periodique, solution à 2,7 g/l.

Peser 2,7 g d'acide periodique ( $H_2IO_6$ ) dans une fiole jaugée de 1 000 ml et les dissoudre dans 50 ml d'eau. Compléter au trait repère avec de l'acide acétique cristallisable et mélanger soigneusement. Conserver à l'obscurité.

### 5.4 Iodure de potassium, solution à 150 g/l, ne contenant ni iode libre, ni iodates.

### 5.5 Thiosulfate de sodium, solution titrée, $c(Na_2S_2O_3) = 0,1 \text{ mol/l}$ .

### 5.6 Amidon, solution d'indicateur à 10 g/l.

Dissoudre par chauffage et agitation 1 g d'amidon soluble dans 100 ml d'eau. Ajouter 0,1 g d'acide salicylique destiné à conserver la solution d'indicateur, et poursuivre l'ébullition pendant 3 min. Refroidir à température ambiante.

## 6 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et notamment

### 6.1 Fioles coniques, de 500 ml de capacité, avec bouchons en verre rodé.

### 6.2 Agitateur magnétique.

## 7 Échantillonnage

Voir ISO 5555.

## 8 Mode opératoire

### 8.1 Préparation de l'échantillon pour essai

#### 8.1.1 Échantillons solides, sous forme de paillettes ou sous forme pulvérulente

Homogénéiser l'échantillon soigneusement sans le faire fondre.

#### 8.1.2 Autres échantillons solides ou semi-solides

Faire fondre l'échantillon à une température ne dépassant pas de plus de 10 °C son point de fusion. Homogénéiser soigneusement.

**AVERTISSEMENT** — L'échantillon ne doit pas être soumis à des températures excessives. À des températures supérieures à 80 °C, la teneur en mono-1 glycérides peut décroître à la suite d'une interestérisation et/ou d'une intra-estérification.

#### 8.1.3 Échantillons liquides

Homogénéiser soigneusement l'échantillon.

### 8.2 Prise d'essai

Peser avec précision, dans un bécher de 50 ml, la masse appropriée de la prise d'essai, comme indiqué dans le tableau.

Tableau

Teneur estimée en mono-1 glycérides ou en glycérol	Masse approximative de la prise d'essai	Précision de la pesée
% (m/m)	g	g
100	0,3	0,000 1
75	0,4	0,000 1
50	0,6	0,000 1
40	0,7	0,000 1
30	1,0	0,001
20	1,5	0,001
15	2,5	0,001
10	3,0	0,001
5	6,0	0,001
3 ou moins	10,0	0,001

NOTE — Si les teneurs en mono-1 glycérides et en glycérol sont très différentes et, par suite, s'il n'est pas possible de prendre une prise d'essai intermédiaire, deux prises d'essai sont nécessaires, l'une pour les mono-1 glycérides et l'autre pour le glycérol.

### 8.3 Extraction

**8.3.1** Prendre trois ampoules à décanter de 250 ml de capacité et les étiqueter en les désignant par 1, 2 et 3. Utiliser l'ampoule à décanter 1 pour rassembler les solutions aqueuses et les ampoules à décanter 2 et 3 pour le lavage des solutions. Lorsqu'une agitation est requise, celle-ci doit être effectuée vigoureusement pendant environ 1 min, en ouvrant le robinet de temps à autre pour éliminer la pression, tout en évitant la formation d'émulsions.

Prendre deux fioles jaugées de 100 ml et les étiqueter en les désignant par A et B. Utiliser la fiole A pour la solution chloroformique de mono-1 glycérides, et la fiole B pour la solution aqueuse de glycérol.

**8.3.2** Dissoudre la prise d'essai (8.2) dans le chloroforme (5.1) en dispersant tout le glycérol libre. Verser la solution quantitativement dans l'ampoule à décanter 1, en utilisant successivement de petites quantités de chloroforme pour faciliter le transvasement, jusqu'à l'obtention d'un volume de 45 à 50 ml.

**8.3.3** Rincer le bécher de 50 ml utilisé avec environ 25 ml de solution d'acide acétique (5.2), de manière à dissoudre le glycérol restant. Transvaser les liquides de rinçage dans l'ampoule à décanter 1. Boucher, secouer et laisser décanter. Soutirer la couche (inférieure) de chloroforme en la recueillant dans l'ampoule à décanter 2.

Laver le bécher de 50 ml avec 25 ml de solution d'acide acétique et verser dans l'ampoule à décanter 2. Boucher, secouer et laisser décanter. Soutirer la couche de chloroforme en la recueillant dans l'ampoule à décanter 3, et la solution aqueuse, en la recueillant dans l'ampoule à décanter 1.

**8.3.4** Laver le bécher et l'ampoule à décanter 2 avec encore 25 ml de solution d'acide acétique et soutirer la solution en la recueillant dans l'ampoule à décanter 3. Boucher, secouer et laisser décanter. Soutirer la couche de chloroforme en la recueillant dans la fiole jaugée de 100 ml A. Recueillir la couche aqueuse dans l'ampoule à décanter 1.

Rincer les ampoules à décanter 2 et 3 deux fois avec, à chaque fois, 20 ml de chloroforme, et recueillir le chloroforme dans l'ampoule à décanter 1. Boucher, secouer et laisser décanter.

**8.3.5** Soutirer la couche de chloroforme en la recueillant dans la fiole jaugée de 100 ml A et compléter au volume avec du chloroforme. Boucher et mélanger.

**8.3.6** Recueillir la couche aqueuse dans la fiole jaugée de 100 ml B. Rincer l'ampoule à décanter 1 avec la solution d'acide acétique, verser les liquides de rinçage dans la fiole B et compléter au volume avec une solution d'acide acétique. Boucher et mélanger.

### 8.4 Dosage des mono-1 glycérides

À l'aide d'une pipette, transvaser 50 ml de la solution de chloroforme provenant de la fiole A (8.3.5), dans une fiole conique de 500 ml (6.1), ajouter, à la pipette, 50 ml de solution d'acide periodique (5.3), homogénéiser et boucher.

Laisser reposer 30 min à l'obscurité.

Effectuer un essai à blanc dans les mêmes conditions, en utilisant 50 ml de chloroforme (5.1) et 50 ml de solution d'acide periodique (5.3).

Après le repos de 30 min, ajouter 20 ml de solution d'iodure de potassium (5.4) à la solution d'essai ainsi qu'à la solution d'essai à blanc. Boucher les fioles, homogénéiser et laisser reposer 1 min supplémentaire.

Ajouter 100 ml d'eau dans chaque fiole.

Titre avec la solution titrée de thiosulfate de sodium (5.5), en agitant de façon continue au moyen de l'agitateur magnétique (6.2), de manière à assurer une homogénéisation complète. Vers la fin du titrage, lorsque la couleur brune de l'iode a presque disparu dans la couche aqueuse, ajouter environ 2 ml de solution d'amidon (5.6) comme indicateur. Poursuivre le titrage goutte à goutte jusqu'au virage (disparition de la couleur bleue iode-amidon dans la couche aqueuse). Il est important d'agiter vigoureusement pour éliminer complètement l'iode de la couche de chloroforme.

Si le volume utilisé pour titrer la solution d'essai ne dépasse pas 80 % du volume utilisé pour titrer le blanc, répéter le dosage en utilisant une plus petite prise d'essai ou en prenant une plus petite partie aliquote de la solution de chloroforme (pour être sûr d'avoir un excès approprié d'acide periodique).

### 8.5 Dosage du glycérol libre

Filtrer la solution aqueuse provenant de la fiole B (8.3.6).

À l'aide d'une pipette, transvaser 50 ml du filtrat dans une fiole conique de 500 ml (6.1), ajouter, à la pipette, 50 ml de solution d'acide periodique (5.3), homogénéiser et boucher.

Laisser reposer 30 min à l'obscurité.

Effectuer un essai à blanc dans les mêmes conditions, en utilisant 50 ml de solution d'acide acétique (5.2) et 50 ml de solution d'acide periodique (5.3).

Après le repos de 30 min, ajouter 20 ml de solution d'iodure de potassium (5.4) à la solution d'essai ainsi qu'à la solution d'essai à blanc. Boucher les fioles, homogénéiser et laisser reposer 1 min supplémentaire.

Ajouter 100 ml d'eau dans chaque fiole.

Titre avec la solution titrée de thiosulfate de sodium (5.5), en ajoutant 2 ml de solution d'amidon (5.6) lorsque la couleur brune de l'iode a presque disparu.

Si le volume utilisé pour titrer la solution d'essai ne dépasse pas 80 % du volume utilisé pour titrer le blanc, répéter le dosage en utilisant une plus petite prise d'essai ou en prenant une plus petite partie aliquote de la solution aqueuse (pour être sûr d'avoir un excès approprié d'acide periodique).

### 8.6 Nombre de déterminations

Effectuer deux déterminations sur le même échantillon pour essai.

## 9 Expression des résultats

### 9.1 Mode de calcul et formule

#### 9.1.1 Calcul de la teneur en mono-1 glycérides

La teneur en mono-1 glycérides, exprimée en pourcentage en masse, est égale à

$$\frac{(V_0 - V_1) crM_r}{20 m}$$

où

$V_0$  est le volume, en millilitres, de solution titrée de thiosulfate de sodium utilisé pour le titrage de l'essai à blanc;

$V_1$  est le volume, en millilitres, de solution titrée de thiosulfate de sodium utilisé pour le titrage de la solution d'essai;

$c$  est la concentration, exprimée en moles par litre, de la solution titrée de thiosulfate de sodium;

$M_r$  est la masse moléculaire relative du mono-1 glycéride, laquelle est fonction de la composition des acides gras (lorsque les résultats sont exprimés en monostéarate de glycéryle,  $M_r = 358$ );

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

$r$  est le rapport du volume (100 ml) de la phase chloroforme, au volume (50 ml ou moins) de cette phase prélevée pour le dosage.

Exprimer le résultat avec une décimale.

#### 9.1.2 Calcul de la teneur en glycérol libre

La teneur en glycérol libre, exprimée en pourcentage en masse, est égale à

$$\frac{(V_2 - V_3) crM_r}{40 m}$$

$V_2$  est le volume, en millilitres, de solution titrée de thiosulfate de sodium utilisé pour le titrage de l'essai à blanc;

$V_3$  est le volume, en millilitres, de solution titrée de thiosulfate de sodium utilisé pour le titrage de la solution d'essai;

$c$  est la concentration, exprimée en moles par litre, de la solution titrée de thiosulfate de sodium;

$M_r$  est la masse moléculaire relative du glycérol ( $M_r = 92,1$ );

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

$r$  est le rapport du volume (100 ml) de la phase aqueuse, au volume (50 ml ou moins) de cette phase prélevée pour le dosage.

Exprimer le résultat avec une décimale.

### 9.2 Répétabilité

La différence entre les résultats de deux déterminations effectuées simultanément ou rapidement l'une après l'autre par le même analyste, dans les mêmes conditions sur le même échantillon pour essai, ne doit pas dépasser les valeurs données en 9.2.1 et en 9.2.2.

**9.2.1 Pour les mono-1 glycérides**

0,5 % (*m/m*) à des teneurs comprises entre 15 et 25 % (*m/m*);

2 % (en valeur relative) de la valeur moyenne à des teneurs comprises entre 25 et 50 % (*m/m*);

1 % (*m/m*) à des teneurs supérieures à 50 % (*m/m*).

**9.2.2 Pour le glycérol libre**

0,1 % (*m/m*)

**10 Procès-verbal d'essai**

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

---

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO 7366:1987](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/688b5912-3222-4397-bed9-8a7f056622bc/iso-7366-1987)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/688b5912-3222-4397-bed9-8a7f056622bc/iso-7366-1987>

Page blanche

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 7366:1987

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/688b5912-3222-4397-bed9-8a7f056622bc/iso-7366-1987>

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO 7366:1987](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/688b5912-3222-4397-bed9-8a7f056622bc/iso-7366-1987>

---

**CDU 664.3 : 543.7 : 547.426.1**

**Descripteurs** : produit agricole, corps gras animal, corps gras végétal, huile animale, huile végétale, analyse chimique, dosage, glycéride, glycérine.

Prix basé sur 3 pages

---