

NORME INTERNATIONALE

**ISO
8420**

Première édition
1990-11-01

Corps gras d'origines animale et végétale — Dosage des composés polaires

iTeh STANDARD PREVIEW
*Animal and vegetable fats and oils — Determination of polar compounds
content*
(standards.iteh.ai)

ISO 8420:1990

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dd679d33-7090-4cdd-a678-
d39b5022959b/iso-8420-1990](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dd679d33-7090-4cdd-a678-d39b5022959b/iso-8420-1990)



Numéro de référence
ISO 8420:1990(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 8420 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits agricoles alimentaires*.

L'annexe A de la présente Norme internationale est donnée uniquement à titre d'information.

[ISO 8420:1990](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sis/0019053-7090-4cdd-a678-d39b5022959b/iso-8420-1990)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sis/0019053-7090-4cdd-a678-d39b5022959b/iso-8420-1990>

Corps gras d'origines animale et végétale — Dosage des composés polaires

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode de dosage des composés polaires dans les corps gras d'origines animale et végétale.

NOTE 1 Les composés polaires sont formés au cours du chauffage des corps gras et la méthode permet d'évaluer l'altération des corps gras utilisés en friture.

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:—¹⁾, *Corps gras d'origines animale et végétale — Échantillonnage.*

3 Définition

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

composés polaires: Constituants des corps gras déterminés par chromatographie sur colonne dans les

conditions opératoires spécifiés dans la présente Norme internationale.

Les composés polaires comprennent les substances polaires présentes dans le corps gras de départ, telles que les monoglycérides, les diglycérides et les acides gras libres, ainsi que les produits de transformation polaires formés pendant le chauffage comme lors de la friture d'un aliment. Les composés non polaires sont principalement des triglycérides non altérés.

4 Principe

Séparation par chromatographie sur colonne d'une prise d'essai en composés non polaires et en composés polaires. Éluion des composés non polaires et pesée de ceux-ci. Détermination des composés polaires par différence.

5 Réactifs et produits

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

5.1 Gel de silice, de dimensions des particules comprises entre 0,063 mm et 0,200 mm (70 mesh à 230 mesh), tel que Merck n° 7734²⁾ ajusté à une teneur en eau de 5 % (*m/m*) comme suit.

Placer une couche fine de gel de silice dans une capsule en porcelaine, et la mettre à sécher dans une étuve à une température de 155 °C à 160 °C pendant au moins 4 h en la remuant de temps en temps. La refroidir ensuite dans un dessiccateur à température ambiante. Ajuster la teneur en eau du gel de silice à 5 % (*m/m*) en plaçant 152 g de gel de

1) À publier. (Révision de l'ISO 5555:1983)

2) Merck n° 7734 est l'appellation commerciale d'un produit distribué par Merck. Cette information est donnée à l'attention des utilisateurs de la présente Norme internationale et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif du produit ainsi désigné. Des produits équivalents peuvent être utilisés s'il est démontré qu'ils conduisent aux mêmes résultats.

silice et 8 g d'eau dans un ballon de 500 ml. Boucher le ballon et agiter le contenu pendant 20 min à l'aide d'un agitateur mécanique. Déterminer la teneur en eau en séchant à une température de 155 °C à 160 °C et l'ajuster si nécessaire à 5 % (m/m) \pm 0,2 % (m/m).

Conserver le gel de silice dans un récipient fermé hermétiquement. S'il n'est pas utilisé dans un délai de 24 h, vérifier la teneur en eau et l'ajuster si nécessaire.

5.2 Solvant d'éluion, préparé par mélange de 87 parties d'éther de pétrole de qualité pour chromatographie (point d'ébullition 40 °C à 60 °C) et de 13 parties d'oxyde diéthylique stabilisé (voir l'avertissement en 9.5.4).

5.3 Sable, lavé à l'acide et calciné.

5.4 Coton hydrophile, qualité pour chirurgie, non absorbant.

5.5 Azote, à 99,0 % à 99,8 % de pureté.

6 Appareillage

Matériel courant de laboratoire et notamment:

6.1 Ballon à fond rond ou plat, à col rodé, de 250 ml de capacité.

6.2 Colonne pour chromatographie, en verre, de 21 mm de diamètre interne, et de 450 mm de longueur, munie d'un robinet (de préférence en polytétrafluoroéthylène) et rodée intérieurement à son sommet.

6.3 Ampoule à brome, de 250 ml de capacité, ayant un joint rodé s'adaptant au sommet de la colonne (6.2).

6.4 Agitateur en verre, d'environ 600 mm de longueur.

6.5 Évaporateur rotatif, ou autre appareil permettant d'éliminer les solvants sous pression réduite.

7 Échantillonnage

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

8 Préparation de l'échantillon pour essai

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

9 Mode opératoire

9.1 Préparation de la colonne

À l'aide de l'agitateur en verre (6.4), introduire un tampon de coton hydrophile (5.4) dans la partie inférieure de la colonne (6.2) et chasser l'air en pressant le coton avec l'agitateur. Verser environ 30 ml du solvant d'éluion (5.2) dans la colonne.

Dans un bécher de 100 ml, préparer une pâte avec 25 g de gel de silice (5.1) et environ 80 ml du solvant d'éluion, et transférer cette pâte dans la colonne à l'aide d'un entonnoir. Achever le transfert du gel de silice dans la colonne en rinçant le bécher avec le solvant d'éluion.

Ouvrir le robinet et soutirer le solvant d'éluion jusqu'à ce que le niveau soit à environ 100 mm au-dessus du gel de silice. Nivelier le gel de silice en tapant sur la colonne.

Ajouter environ 4 g de sable (5.3) à l'aide de l'entonnoir. Soutirer le solvant d'éluion surnageant jusqu'à 10 mm au-dessus de la couche de sable.

Éliminer le solvant d'éluion utilisé pour la préparation de la colonne.

9.2 Essai à blanc

Faire passer 150 ml de solvant d'éluion (5.2) au travers de la colonne. Recueillir le solvant dans un ballon de 250 ml (6.1) et peser à 1 mg près. Évaporer le solvant comme décrit en 9.5.4, et peser à nouveau à 1 mg près. Calculer la masse, en grammes, du blanc par soustraction.

9.3 Contrôle de l'efficacité de la colonne

Si on le désire, contrôler l'efficacité de la colonne selon la méthode décrite dans l'annexe A.

9.4 Prise d'essai

Peser, à 1 mg près, dans une fiole jaugée de 50 ml, 2,5 g \pm 0,1 g d'échantillon pour essai (article 8).

9.5 Détermination

9.5.1 Dissoudre la prise d'essai (9.4) dans environ 20 ml du solvant d'éluion (5.2), en chauffant légèrement. Laisser refroidir à température ambiante et diluer à 50 ml avec le solvant d'éluion.

Sécher un ballon de 250 ml (6.1) dans des conditions similaires à celles retenues lorsqu'il contient les composés élués (voir 9.5.4). Peser le ballon et le placer sous la colonne.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 8420:1990

https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dd679d33-7090-4cdd-a678-d39b5022959b/iso-8420-1990

9.5.2 À l'aide d'une pipette, introduire 20 ml de la solution d'essai (9.5.1) dans la colonne préparée (9.1). Éviter de perturber la surface du sable.

Ouvrir le robinet et soutirer le solvant jusqu'au sommet de la couche de sable, en recueillant l'éluat (qui contient les composés non polaires) dans le ballon de 250 ml.

9.5.3 Poursuivre l'éluion des composés non polaires en ajoutant 150 ml du solvant d'éluion (5.2) à l'aide de l'ampoule à brome (6.3). Ajuster le débit de façon que les 150 ml traversent la colonne en 60 min à 70 min.

Après l'éluion, à l'aide d'une pipette ou d'un compte-gouttes et avec la solution d'éluion, entraîner dans le ballon toute substance adhérant à l'extérieur de la colonne.

NOTE 2 Si les composés polaires doivent être utilisés, par exemple pour contrôler l'efficacité de la colonne, ils peuvent être élués avec 150 ml d'oxyde diéthylique en suivant le mode opératoire de 9.5.3 et 9.5.4.

Une fois l'éluion achevée, éliminer le gel de silice.

9.5.4 Chasser le solvant du ballon de préférence sous vide à l'aide d'un évaporateur rotatif (6.5) et d'un bain d'eau réglé à une température n'excédant pas 60 °C. Éviter les pertes dues à la formation de mousses.

AVERTISSEMENT — L'oxyde diéthylique peut former des peroxydes explosifs. En conséquence, il est important d'utiliser de l'oxyde diéthylique stabilisé et d'effectuer l'évaporation à une température aussi basse que possible, en recueillant soigneusement l'éther évaporé.

NOTE 3 En l'absence d'évaporateur rotatif, le solvant d'éluion peut être évaporé sous un courant d'azote.

Peu avant la fin de l'évaporation, introduire de l'azote (5.5) dans l'appareillage pour terminer l'évaporation.

9.5.5 Peser, à 1 mg près, le ballon contenant les composés élués.

9.6 Nombre de déterminations

Effectuer deux déterminations sur des prises d'essai (9.4) prélevées sur le même échantillon pour essai (article 8).

10 Expression des résultats

La teneur en composés polaires, en pourcentage en masse, est égale à

$$\frac{m_1 - (5/2)m_2 - m_3}{m_1} \times 100$$

où

m_1 est la masse, en grammes, de la prise d'essai (9.4);

m_2 est la masse, en grammes, de la fraction non polaire;

m_3 est la masse, en grammes, du blanc (9.2).

Prendre comme résultat la moyenne arithmétique des deux déterminations, si les conditions de répétabilité (voir 11.2) sont remplies.

Donner le résultat avec une décimale.

11 Fidélité

11.1 Résultats des essais interlaboratoires

Un essai interlaboratoire organisé en 1979 sur le plan international par l'Union Internationale de Chimie Pure et Appliquée (IUPAC) avec la participation de 10 laboratoires, chacun d'eux ayant effectué deux déterminations sur chaque échantillon, a donné les résultats statistiques [déterminés selon l'ISO 5725³⁾] indiqués dans le tableau 1.

11.2 Répétabilité

La différence entre les valeurs de deux déterminations effectuées rapidement l'une après l'autre par le même analyste, utilisant le même appareillage, sur le même échantillon pour essai, ne doit pas dépasser 1 % (m/m) en valeur absolue.

11.3 Reproductibilité

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 % (m/m) en valeur absolue.

3) 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.*

Tableau 1

Échantillon	Mélange huile de soja/ huile de palme	Mélange huile de soja/ huile de palme	Huile de palme concrète	Huile de soja hydrogénée
Nombre de laboratoires retenus après élimination des aberrants	9	9	8	8
Moyenne [% (m/m)]	7,3	8,0	11,5	25,9
Écart-type de répétabilité, s_r [% (m/m)]	0,33	0,36	0,23	0,52
Coefficient de variation de répétabilité (%)	4,5	4,5	2,0	2,0
Répétabilité, $2,8 s_r$ [% (m/m)]	0,9	1,0	0,7	0,8
Écart-type de reproductibilité, s_R [% (m/m)]	0,39	0,37	0,48	1,47
Coefficient de variation de reproductibilité (%)	5,3	4,6	4,2	3,0
Reproductibilité, $2,8 s_R$ [% (m/m)]	1,1	1,0	1,4	2,2

12 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.

ISO 8420:1990

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dd679d33-7090-4cdd-a678-d39b5022959b/iso-8420-1990>

Annexe A (informative)

Contrôle de l'efficacité de la colonne

L'efficacité de la colonne peut être contrôlée par chromatographie en couche mince, comme suit.

Préparer des solutions à 10 % (m/m) dans le chloroforme des composés polaires et non polaires (séparés comme en 9.5), et en déposer 2 µl sur une plaque recouverte d'un gel de silice de 0,25 mm d'épaisseur et sans indicateur de fluorescence.

Garnir une cuve de développement avec du papier-filtre afin de favoriser la saturation. Mettre la plaque dans la cuve et procéder au développement avec un solvant consistant en un mélange éther de pétrole (point d'ébullition 40 °C à 60 °C)-oxyde diéthylique-acide acétique à 100 % (70 + 30 + 2 en volume). Laisser migrer le solvant jusqu'à une hauteur d'environ 170 mm, ce qui demande généralement environ 35 min. Enlever la plaque et laisser le solvant s'évaporer.

Pulvériser sur la plaque une solution d'acide molybdophosphorique-12 à 100 g/l dans l'éthanol. Laisser l'éthanol s'évaporer, puis chauffer la plaque à 120 °C à 130 °C dans une étuve.

La figure A.1 donne un exemple de chromatogramme obtenu après séparation d'une huile de friture en composés polaires et non polaires.

NOTE 4 L'efficacité de la séparation peut également être contrôlée par comparaison de la somme des composés polaires et non polaires avec la quantité de prise d'essai contenue dans 20 ml de solution d'essai (9.5.1). Pour des échantillons contenant de fortes quantités de composés polaires, la récupération de la prise d'essai

peut être incomplète. Ceci est dû à la présence de faibles quantités de composés fortement polaires, généralement pas plus de 1 % à 2 %, qui ne sont pas élués dans les conditions spécifiées dans la présente Norme internationale.

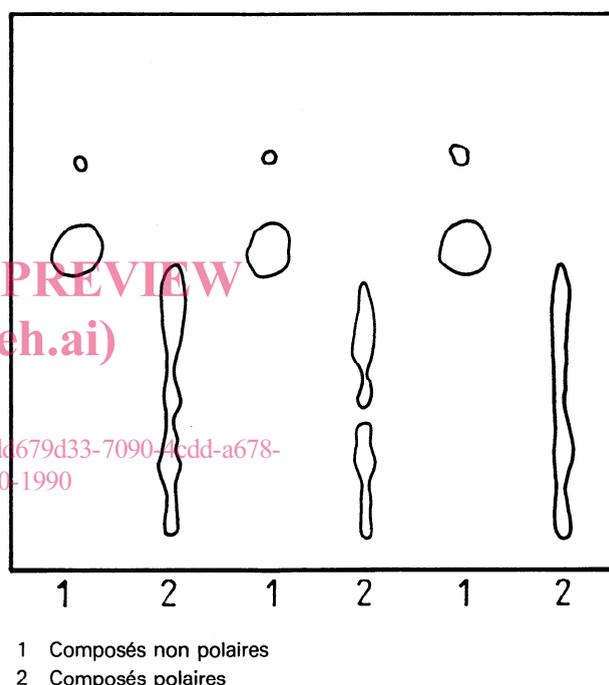


Figure A.1 — Exemple de chromatogramme

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 8420:1990

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dd679d33-7090-4cdd-a678-d39b5022959b/iso-8420-1990>

CDU 665.2/.3:543.544.42

Descripteurs: produit agricole, produit alimentaire, corps gras animal, corps gras végétal, huile animale, huile végétale, analyse chimique, dosage, composé polaire.

Prix basé sur 5 pages
