

NORME
INTERNATIONALE

ISO
9832

Première édition
1992-12-15

**Corps gras d'origines animale et
végétale — Dosage de l'hexane technique
résiduel**

iTeh STANDARD PREVIEW

*Animal and vegetable fats and oils — Determination of residual technical
hexane content*

ISO 9832:1992

<https://standards.itih.ai/catalog/standards/sist/691ab039-d04b-42ed-8436-325acc0c4394/iso-9832-1992>



Numéro de référence
ISO 9832:1992(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 9832 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits agricoles alimentaires*, sous-comité SC 11, *Corps gras d'origines animale et végétale*.

[ISO 9832:1992](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/691ab039-d04b-42ed-8436-325ace0c4394/iso-9832-1992)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/691ab039-d04b-42ed-8436-325ace0c4394/iso-9832-1992>

© ISO 1992

Droits de reproduction réservés. Aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

Organisation internationale de normalisation
Case Postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse

Imprimé en Suisse

Corps gras d'origines animale et végétale — Dosage de l'hexane technique résiduel

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode de dosage de l'hexane technique résiduel dans les corps gras d'origines animale et végétale (désignés ci-après par «corps gras»).

Cette méthode convient pour le dosage de teneurs en hexane comprises entre 10 mg et 1 500 mg par kilogramme de corps gras.

La méthode n'est pas applicable aux huiles marines.

2 Référence normative

La norme suivante contient 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, l'édition indiquée était 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 l'édition la plus récente de la norme indiquée 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*.

3 Définition

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

3.1 teneur en hexane technique résiduel: Teneur en hydrocarbures volatils tels que ceux restant dans les corps gras après la mise en œuvre d'un mode opératoire utilisant des solvants à base d'hydrocarbures, et déterminée selon la méthode prescrite dans la présente Norme internationale.

La teneur est exprimée en milligrammes d'hexane par kilogramme d'échantillon.

4 Principe

Désorption des hydrocarbures volatils par chauffage à 80 °C dans un récipient fermé, après ajout d'un étalon interne. Dosage des hydrocarbures volatils particuliers dans l'espace de tête par chromatographie en phase gazeuse sur colonne remplie ou sur colonne capillaire.

5 Réactifs

Sauf indication contraire, tous les réactifs doivent être de qualité analytique reconnue.

5.1 Hexane technique, d'une composition analogue à celle de l'hexane utilisé dans les méthodes de traitement industrielles ou, à défaut, ***n*-hexane**.

NOTE 1 Pour l'étalonnage, il est recommandé d'utiliser de l'hexane technique. Celui-ci a généralement une teneur en *n*-hexane de 50 % (*m/m*) et est principalement constitué d'isomères en C₆, mais il peut renfermer des hydrocarbures en C₅ et en C₇.

5.2 Étalon interne, *n*-heptane ou, à défaut, cyclohexane, à condition que le solvant (5.1) employé pour l'extraction ou l'étalonnage ait une teneur négligeable en cyclohexane et/ou en *n*-heptane ou en composants à temps de rétention analogue.

5.3 Gaz vecteur, par exemple, hydrogène ou azote, hélium, etc., soigneusement déshydraté et renfermant moins de 10 mg/kg d'oxygène.

5.4 Gaz auxiliaires, hydrogène (pur à 99,9 %, exempt d'impuretés organiques) et air (exempt d'impuretés organiques).

5.5 Corps gras d'étalonnage, corps gras végétal récemment raffiné et désodorisé, ayant une teneur négligeable en hexane technique.

NOTE 2 Ce produit sera exempt de peroxydes ou de tout autre constituant susceptible de se décomposer avec for-

mation de matières volatiles, susceptibles d'être confondues avec des hydrocarbures pendant l'essai.

6 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et notamment

6.1 Fioles, bouchées avec un septum, de 20 ml de capacité.

6.2 Septa, inertes aux corps gras et aux solvants en un matériau tel que caoutchouc butyl ou en caoutchouc rouge exempt de résidus de solvant hydrocarboné, et d'une qualité appropriée pour qu'ils ne gonflent pas pendant l'emploi et **couvercles en aluminium**, adaptés aux fioles (6.1), et **pincés à servir**.

6.3 Pincés, appropriés pour tenir les fioles (6.1).

6.4 Seringues, de 10 µl de capacité, utilisées uniquement pour l'analyse de l'hexane technique résiduel. Elles ne doivent pas être nettoyées avec un solvant hydrocarboné.

6.5 Seringues, de 1 µl de capacité, utilisées uniquement pour l'analyse de l'hexane technique résiduel. Elles ne doivent pas être nettoyées avec un solvant hydrocarboné.

6.6 Seringues, de 1 000 µl de capacité, étanche aux gaz, utilisées uniquement pour l'analyse de l'hexane technique résiduel. Elles ne doivent pas être nettoyées avec un solvant hydrocarboné.

6.7 Chromatographe en phase gazeuse, muni d'un détecteur à ionisation de flamme et d'un intégrateur et/ou d'un enregistreur, équipé, soit

- a) d'une colonne remplie, en verre, de 2 m à 4 m de longueur et de 3,2 mm de diamètre intérieur, garnie avec un support en terre de diatomées de granulométrie comprise entre 150 µm et 180 µm (le Chromosorb P NAW à 60-80 mesh¹⁾ convient), lavée aux acides et silanisée, et garnie de perhydrosqualène à 10 %, ou avec toute autre phase permettant d'obtenir la séparation chromatographique requise, soit
- b) d'une colonne capillaire en verre, d'environ 30 m de longueur et de 0,3 mm de diamètre intérieur, garnie de polyméthylsiloxane d'épaisseur de film 0,2 µm.

L'injecteur et le détecteur doivent être réglés à 100 °C et la température du four doit être de 50 °C.

1) Chromosorb P NAW 60-80 est un exemple de produit approprié disponible sur le marché. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente Norme internationale et ne signifie nullement que l'ISO ou la CEI approuve ou recommande l'emploi du produit ainsi désigné.

2) ISO 5555:1991, *Corps gras d'origines animale et végétale — Échantillonnage*

Si l'on utilise une colonne capillaire [voir b)], l'appareil doit être équipé d'un système d'injection fractionné au 1/100.

NOTE 3 Pour les analyses en série, un chromatographe en phase gazeuse à espace de tête avec injection automatique de l'échantillon et bain de trempage s'est révélé satisfaisant. Dans ce cas, on n'injecte pas manuellement.

6.8 Bain chauffant, équipé d'un dispositif de serrage pour maintenir les fioles bouchées avec un septum, réglé à l'aide d'un thermostat à 80 °C ± 2 °C.

NOTE 4 Pour le fonctionnement en continu, il est recommandé d'employer de la glycérine comme milieu de chauffage.

6.9 Agitateur.

7 Échantillonnage

Il est important que le laboratoire reçoive un échantillon réellement représentatif, non endommagé ou modifié lors du transport et de l'entreposage.

L'échantillonnage ne fait pas partie de la méthode spécifiée dans la présente Norme internationale. Une méthode d'échantillonnage recommandée est donnée dans l'ISO 5555.²⁾

Il est indispensable que l'échantillon soit protégé contre un gain ou une perte de résidus de solvant.

8 Préparation de l'échantillon pour essai

Préparer l'échantillon pour essai conformément à l'ISO 661, en prenant soin d'éviter un gain ou une perte de solvant.

9 Mode opératoire

9.1 Étalonnage

9.1.1 Peser, à 0,01 g près, 5 g de corps gras d'étalonnage (5.5) dans chacune des sept fioles (6.1). Boucher chaque fiole avec un septum et un couvercle (6.2).

À six des sept fioles (6.1) introduire, à l'aide d'une seringue (6.4 ou 6.5), la quantité de solvant (5.1) spécifiée au tableau 1 pour obtenir les concentrations indiquées. Ne pas introduire de solvant dans la septième fiole.

Tableau 1 — Concentration de l'hexane dans les échantillons pour étalonnage

Volume d'hexane technique ou de <i>n</i> -hexane ajouté μl	Teneur d'hexane (mg/kg) dans une fiole en cours d'emploi	
	Hexane technique	<i>n</i> -hexane
0,5	67	66
1	134	132
2	268	264
4	536	528
7	938	924
10	1 340	1 320

Agiter vigoureusement, à température ambiante, les six fioles auxquelles le solvant a été ajouté, dans l'agitateur (6.9) pendant 1 h.

9.1.2 À la fin de cette période, introduire, à l'aide d'une seringue (6.4), 5 μl ± 0,1 μl de l'étalon interne (5.2) dans chacune des sept fioles, à travers le septum.

NOTE 5 Pour des teneurs en hexane comprises entre 10 mg/kg et 20 mg/kg, il est préférable d'introduire 2 μl d'étalon interne (5.2).

Mélanger les contenus vigoureusement manuellement pendant environ 1 min, en conférant à la fiole un mouvement circulaire dans un plan horizontal de telle manière que le corps gras ne vienne pas en contact avec le septum. Si cela se produit, rejeter la fiole et recommencer avec une autre prise d'essai de corps gras d'étalonnage.

NOTE 6 Si du corps gras se dépose sur le septum, il contaminera l'aiguille lors du prélèvement du gaz dans l'espace de tête et les impuretés seront transférées dans la colonne; il est particulièrement important d'éviter une telle contamination lorsqu'on utilise des colonnes capillaires.

Toutes les 15 min (c'est-à-dire le temps de rétention de l'étalon interne) placer une fiole à la fois jusqu'au niveau du col dans le bain chauffant (6.8) réglé à 80 °C, afin que l'équilibre entre le corps gras et l'espace de tête soit atteint.

9.1.3 Après avoir chauffé chaque fiole pendant 60 min ± 1 min, prélever à l'aide d'une seringue (6.6) chauffée à 60 °C (sans sortir la fiole du bain), 1 000 μl de la phase gazeuse de l'espace de tête situé au-dessus de l'huile et injecter immédiatement dans le chromatographe la phase gazeuse ainsi retirée.

9.1.4 Calculer sur le chromatogramme correspondant à la fiole n'ayant pas fait l'objet d'un ajout de solvant, la teneur en hexane, A_c , qui est exprimée en pourcentage des aires totales des pics.

9.1.5 Calculer le facteur d'étalonnage, F , du chromatogramme pour chaque échantillon d'étalonnage enrichi en hexane technique, selon la formule

$$F = \frac{w_h \times A_{is}}{(A_t - A_c - A_{is}) \times w_{is}}$$

A_c est la teneur en hexane calculée en 9.1.4;

A_{is} est la teneur, exprimée en pourcentage des aires totales des pics, de l'étalon interne du corps gras d'étalonnage (5.5) avec le solvant ajouté;

A_t est la teneur totale en hydrocarbures, du corps gras d'étalonnage (5.5) avec le solvant ajouté, y compris l'étalon interne, exprimée en pourcentage des aires totales des pics;

w_h est la teneur en solvant (5.1) du corps gras d'étalonnage (5.5) avec le solvant ajouté, exprimée en milligrammes par kilogramme;

w_{is} est la teneur en étalon interne dans le corps gras (5.5) avec le solvant ajouté, exprimée en milligrammes par kilogramme, c'est-à-dire 680 pour le *n*-heptane ou 780 pour le cyclohexane.

NOTE 7 Si seulement 2 μl d'étalon interne sont ajoutés en 9.1.2, w_{is} est égal à 272 pour le *n*-heptane ou à 312 pour le cyclohexane.

Exprimer les résultats avec trois décimales.

Les facteurs d'étalonnage des six échantillons étalons doivent être approximativement égaux. Calculer la valeur moyenne arithmétique \bar{F} , qui devrait se situer aux alentours de 0,45 pour l'heptane. Le coefficient \bar{F} ainsi évalué peut être utilisé pour déterminer des quantités d'hexane dans les fioles inférieures à 60 mg/kg. Si la valeur de F trouvée dans la fiole contenant 0,5 μl de solvant est considérablement inférieure à la valeur moyenne, cet écart est vraisemblablement dû à la difficulté d'introduire exactement 0,5 μl , et il convient d'éliminer ou de répéter cette détermination.

Le facteur d'étalonnage moyen pour du cyclohexane se situe en général aux alentours de 0,57, alors qu'il est d'environ 0,45 pour le *n*-heptane.

9.2 Détermination

9.2.1 Peser, à 0,01 g près, une prise d'essai de 5 g de l'échantillon pour essai (article 8) dans une fiole (6.1) aussi rapidement que possible et la boucher immédiatement avec un septum et un couvercle (6.2).

9.2.2 Injecter 5 μl d'étalon interne (5.2) à travers le septum au moyen de la seringue (6.4). Mélanger les contenus vigoureusement à la main pendant environ 1 min en conférant à la fiole un mouvement circulaire dans un plan horizontal de telle sorte que les corps gras ne touchent pas le septum. Si cela se produit, rejeter la fiole et recommencer avec une autre prise d'essai. (Voir la note en 9.1.2). Plonger la fiole jusqu'au niveau du col dans le bain chauffant (6.8) réglé à 80 °C pendant 60 min \pm 1 min.

9.2.3 Prélever 1 000 μl de la phase gazeuse à l'aide d'une seringue (6.6) chauffée à 60 °C, sans sortir la fiole du bain chauffant. Injecter immédiatement dans le chromatographe la phase gazeuse ainsi prélevée.

9.2.4 Déterminer la teneur en hexane technique résiduel de l'échantillon à partir du chromatogramme obtenu (voir l'exemple donné à la figure 1) en mesurant les pics identifiés comme provenant de l'hexane, et non des produits de décomposition.

9.3 Nombre de déterminations

Effectuer la détermination sur deux prises d'essais provenant du même échantillon pour essai rapidement l'une après l'autre.

10 Expression des résultats

La teneur, en hexane technique résiduel de l'échantillon, w , en milligrammes par kilogramme, est donnée par la formule

$$w = \frac{(A'_t - A'_{is}) \times \bar{F} \times w'_{is}}{A'_{is}}$$

où

A'_{is} est la teneur en étalon interne dans l'échantillon, exprimée en pourcentage des aires totales des pics;

A'_t est la teneur totale en hydrocarbures de l'échantillon, y compris l'étalon interne, exprimée en pourcentage des aires totales des pics;

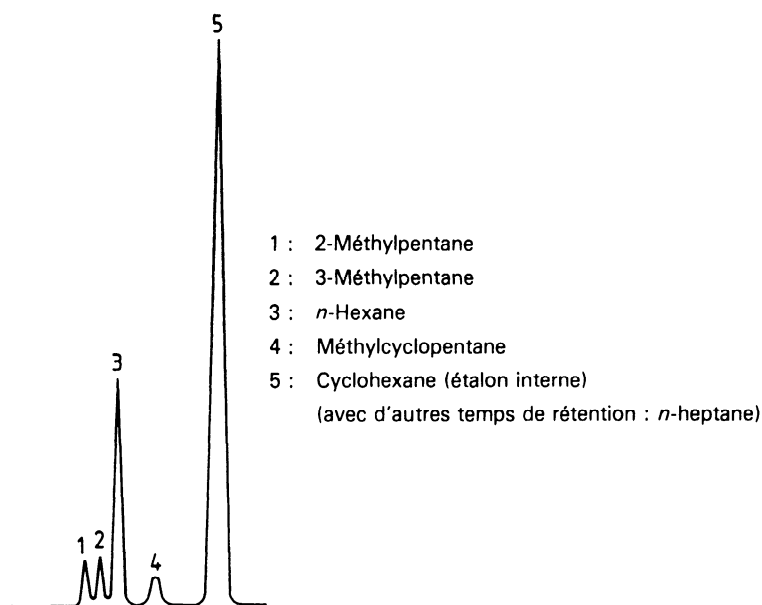


Figure 1 — Exemple d'un chromatogramme en phase gazeuse d'hydrocarbures d'hexane

\bar{F} est la moyenne des facteurs d'étalonnage calculée en 9.1.5;

w'_{is} est la teneur en étalon interne dans l'échantillon, exprimée en milligrammes par kilogramme, c'est-à-dire 680 pour le *n*-heptane ou 780 pour le cyclohexane.

Prendre comme résultat final la moyenne arithmétique de deux déterminations (9.3), à condition que les exigences de répétabilité (11.2) soient remplies. Si ce n'est pas le cas, ne pas tenir compte des résultats et effectuer deux autres déterminations sur des prises d'essai prélevées sur le même échantillon pour essai.

11 Fidélité

11.1 Résultat des essais interlaboratoires

Un essai interlaboratoire organisé sur le plan international par l'IUPAC en 1985, avec la participation de 16 laboratoires, chacun d'eux ayant effectué deux déterminations sur chaque échantillon, a donné les résultats statistiques (déterminés conformément à l'ISO 5725³⁾ indiqués dans le tableau 2.

11.2 Répétabilité

Lorsque les valeurs de deux résultats d'essai individuels indépendants, obtenus à l'aide de la même méthode sur un matériau identique soumis à l'essai dans le même laboratoire par le même opérateur utilisant le même appareillage dans un court intervalle de temps, se situe dans l'étendue des valeurs moyennes indiquées, la différence absolue entre les deux résultats d'essai obtenus ne doit pas être supérieure à la limite *r* de répétabilité déduite par interpolation linéaire des données indiquées au tableau 2.

NOTE 8 Il est à noter que les valeurs de reproductibilité *R* citées dans le tableau 2 s'appliquent dans le cas particulier où l'on compare les résultats de déterminations simples obtenus par deux laboratoires. Lorsqu'on procède selon la méthode décrite et que l'on désire comparer les résultats finals (lesquels ont été dérivés des moyennes des déterminations en double) obtenus par deux laboratoires, les valeurs pour *R* doivent être converties en valeurs de différence critique pour une probabilité de 95 % (CrD_{95}) applicables aux moyennes de deux déterminations employant la formule suivante:

$$CrD_{95} = \sqrt{(R^2 - r^2/2)}$$

Tableau 2 — Résultats statistiques de l'essai interlaboratoire

Échantillon ¹⁾	1	2	3	4
Nombre de laboratoires	16	16	11	11
Nombre de laboratoires retenus après élimination des aberrants	16	16	9	10
Moyenne de la teneur en hexane technique résiduel (mg/kg)	2,95	13,7	104	1 048
Écart-type de répétabilité, s_r (mg/kg)	0,65	1,70	7,6	71,5
Coefficient de variation de répétabilité (%)	22,4	12,2	7,3	6,8
Valeur de répétabilité, $r = 2,83 s_r$ (mg/kg)	1,8	4,8	21	202
Écart-type de reproductibilité, s_R (mg/kg)	2,6	4,1	28,4	293
Coefficient de variation de reproductibilité (%)	89	30	27	28
Valeur de reproductibilité, $R = 2,83 s_R$ (mg/kg)	7,4	12	80	829

NOTE — Les données indiquées pour l'échantillon 1 sont incluses, bien qu'elles n'entrent pas dans le cadre de la présente Norme internationale.

- 1) Échantillon 1: huile d'arachide fraîche et comestible + 3,3 ppm d'hexane technique
 Échantillon 2: huile d'arachide fraîche après stockage + 13,2 ppm d'hexane technique
 Échantillon 3: huile de colza brute (pressée) + 100 ppm d'hexane technique
 Échantillon 4: huile de colza brute (pressée) + 1 000 ppm d'hexane technique

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*

12 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit indiquer

- la méthode selon laquelle l'échantillonnage a été effectué, (si elle est connue),
- la méthode utilisée,
- le(les) résultat(s) d'essai obtenu(s), et

— si la répétabilité a été vérifiée, le résultat final cité qui a été 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 les résultats.

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

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 9832:1992](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/691ab039-d04b-42ed-8436-325ace0c4394/iso-9832-1992>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 9832:1992

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/691ab039-d04b-42ed-8436-325acc0c4394/iso-9832-1992>