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

Animal and vegetable fats and oils — Determination of anisidine value

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 6885:1998](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/17e7b056-33e4-4a79-b6ce-18bc29c157bf/iso-6885-1998)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/17e7b056-33e4-4a79-b6ce-18bc29c157bf/iso-6885-1998>



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 6885 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits agricoles alimentaires*, sous-comité SC 11, *Corps gras d'origines animale et végétale*.

Cette deuxième édition ~~annule et remplace la première édition~~ (ISO 6885:1988), dont elle constitue une révision mineure.

Les annexes A et B de la présente Norme internationale sont données uniquement à titre d'information.

© ISO 1998

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, 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
Internet iso@iso.ch

Imprimé en Suisse

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, 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 3696:1987, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai.*

3 Définitions

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

3.1

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 d'essai spécifiées dans la présente Norme internationale

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

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau de qualité 3, conformément à l'ISO 3696.

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 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.

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

5.5 Réactif à l'anisidine

iTeh STANDARD PREVIEW

Le jour de son utilisation, 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) dans l'acide acétique cristallisable (5.4) et compléter au trait repère avec le même solvant, en évitant une exposition sous une forte lumière.

Vérifier l'absorbance avant utilisation et éliminer le réactif si l'absorbance est supérieure à 0,2. De toute façon, éliminer tout réactif non utilisé le jour même.

6 Appareillage

Matériel courant de laboratoire et, en particulier, ce qui suit.

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

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

7 Échantillonnage

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 [1].

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

8 Préparation de l'échantillon pour essai

Préparer l'échantillon pour essai conformément à l'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.

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

NOTE S'il est demandé de vérifier que l'on satisfait aux exigences données en ce qui concerne la limite de répétabilité (11.2), effectuer deux déterminations séparées conformément à 9.1 à 9.5.

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

Peser directement dans une fiole jaugée de 25 ml, à 1 mg près, une quantité suffisante d'échantillon pour essai préparé (article 8). Préchauffer les échantillons solides à 10 °C au-dessus de leur point de fusion. Dissoudre l'échantillon dans 5 ml à 10 ml de triméthyl-2,2,4 pentane (5.2) et compléter au trait repère avec le même solvant.

NOTE L'importance de la prise d'essai dépend de la qualité de l'échantillon et des caractéristiques du spectromètre utilisé. Il convient de la choisir 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 Solution d'essai non soumise à réaction

À l'aide d'une pipette (6.4), introduire 5 ml de la solution d'essai (9.1) dans un tube à essais (6.3). Ajouter 1 ml d'acide acétique cristallisable (5.4), boucher le tube et secouer.

9.3 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). Pour effectuer un essai à blanc, placer 5 ml de triméthyl-2,2,4 pentane (5.2) dans un autre tube à essais (6.3). Ajouter, à la pipette, dans chaque tube à essais, 1 ml de réactif à l'anisidine (5.5). Boucher les deux tubes et secouer. Conserver les tubes à essais à l'obscurité, à 23 °C ± 1 °C, pendant 8 min.

Dans les 2 min qui suivent, verser chacune des solutions 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 en 9.4.

9.4 Mesurage spectrométrique

Ajuster le spectromètre avec du triméthyl-2,2,4 pentane (5.2).

Mesurer les absorbances de la solution d'essai ayant réagi (9.3), de la solution d'essai n'ayant pas réagi (9.2) et de l'essai à blanc (9.3), respectivement, par rapport au triméthyl-2,2,4 pentane (5.2).

9.5 Gamme d'absorbance

Si l'absorbance mesurée de la solution qui a réagi n'est pas dans la gamme 0,2 à 0,8, recommencer la détermination (9.2 à 9.4) avec une quantité modifiée d'échantillon pour essai.

Si l'absorbance mesurée de l'essai à blanc est au-dessus de 0,2, purifier le réactif à l'anisidine comme décrit en 5.3, et préparer un nouveau réactif à l'anisidine (5.5).

10 Expression des résultats

L'indice d'anisidine (AV) de l'échantillon est égal à

$$AV = \frac{100QV}{m} [1,2(A_1 - A_2) - A_0]$$

où

V est le volume, en millilitres, dans lequel l'échantillon est dissous ($V = 25$ ml);

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

Q est la teneur de l'échantillon, en grammes par millilitre, en solution mesurée sur la base de laquelle l'indice d'anisidine est exprimé ($Q = 0,01$ g/ml);

A_0 est l'absorbance de la solution d'essai n'ayant pas réagi (9.2);

A_1

A_2 est l'absorbance de l'essai à blanc (9.3).

Donner le résultat avec une décimale.

ISO 6885:1998
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/17e7b056-33e4-4a79-b6ce-18bc29c157bf/iso-6885-1998>

11 Fidélité

11.1 Résultats de l'essai interlaboratoires

Les détails d'un essai interlaboratoires relatif à la fidélité de la méthode sont résumés dans l'annexe A. Les valeurs dérivées de cet essai peuvent ne pas s'appliquer aux plages de concentrations ou matrices autres que celles données.

11.2 Répétabilité

La différence absolue entre 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, n'excédera 0,3, pour un indice d'anisidine de 2 environ, que dans 5 % des cas au plus.

11.3 Reproductibilité

La différence absolue entre deux résultats d'essai individuels, obtenue à l'aide de la même méthode sur un matériau identique soumis à l'essai dans des laboratoires différents par des opérateurs différents utilisant des appareillages différents, n'excédera 2,0, pour un indice d'anisidine de 2 environ, que dans 5 % des cas au plus.

12 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit indiquer:

— tous les renseignements nécessaires à l'identification complète de l'échantillon;

est l'absorbance de la solution d'essai ayant réagi (9.3);

- la méthode d'échantillonnage utilisée, si elle est connue;
- la méthode d'essai utilisée, avec la référence à la présente Norme internationale;
- tous les détails opératoires non prévus dans la présente Norme internationale, ou considérés comme facultatifs, ainsi que les détails sur les incidents éventuels susceptibles d'avoir agi sur le(s) résultat(s) d'essai;
- le(s) résultat(s) d'essai obtenu(s);
- si la répétabilité a été vérifiée, le résultat final cité qui a été obtenu.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 6885:1998

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/17e7b056-33e4-4a79-b6ce-18bc29c157bf/iso-6885-1998>

Annexe A (informative)

Résultats de l'essai interlaboratoires

Un essai interlaboratoires organisé en 1988 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 A.1.

Tableau A.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
Limite de répétabilité, r (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
Limite de reproductibilité, R (2,83 s_R)	2,0	2,1	2,0	2,0

ISO 6885:1998

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/17e7b056-33e4-4a79-b6ce-18bc29c157bf/iso-6885-1998>

¹⁾ L'ISO 5725:1986 (à présent annulée) a été utilisée pour obtenir les valeurs de fidélité.

Annexe B (informative)

Bibliographie

- [1] ISO 555:1991, *Corps gras d'origines animale et végétale — Échantillonnage.*
- [2] 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 (à présent annulée).*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 6885:1998](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/17e7b056-33e4-4a79-b6ce-18bc29c157bf/iso-6885-1998)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/17e7b056-33e4-4a79-b6ce-18bc29c157bf/iso-6885-1998>