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

Animal and vegetable fats and oils — Determination of peroxide value

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 3960:1998](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3fd28cc4-fc69-4f93-a44e-007d7509edce/iso-3960-1998)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3fd28cc4-fc69-4f93-a44e-007d7509edce/iso-3960-1998>



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 3960 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 3960:1977), dont elle constitue une révision technique.

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 de peroxyde

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination de l'indice de peroxyde des corps gras d'origines animale et végétale.

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 3960:1998](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3fd28cc4-fc69-4f93-a44e-150909090909/iso-3960-1998)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3fd28cc4-fc69-4f93-a44e-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3fd28cc4-fc69-4f93-a44e-150909090909/iso-3960-1998)

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

3 Définition

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

3.1

indice de peroxyde

quantité de produit présent dans l'échantillon, exprimée en oxygène actif, oxydant l'iodure de potassium dans les conditions opératoires spécifiées dans la présente Norme internationale, divisée par la masse de la prise d'essai

NOTE 1 L'indice de peroxyde s'exprime en millimoles par kilogramme.

NOTE 2 L'indice de peroxyde est souvent exprimé, dans l'industrie, en milliéquivalents par kilogramme. L'indice exprimé en millimoles par kilogramme est égal à la moitié de la valeur exprimée en milliéquivalents par kilogramme (voir l'article 10).

4 Principe

Traitement d'une prise d'essai, en solution dans de l'acide acétique et de l'iso-octane, par une solution d'iodure de potassium. Titrage de l'iode libéré par une solution titrée de thiosulfate de sodium.

5 Réactifs

Sauf indication différente, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue. Tous les réactifs et l'eau doivent être exempts d'oxygène dissous.

5.1 Eau, de qualité 3, conformément à l'ISO 3696.

5.2 Acide acétique cristallisable, privé d'oxygène par barbotage d'un courant de gaz inerte, pur et sec (dioxyde de carbone ou azote).

AVERTISSEMENT: L'acide acétique cristallisable est légèrement toxique en cas d'ingestion ou d'inhalation. Il s'agit d'un produit fortement irritant à l'égard de la peau et des tissus.

5.3 Iso-octane, privé d'oxygène par barbotage d'un courant de gaz inerte, pur et sec (dioxyde de carbone ou azote).

AVERTISSEMENT: L'iso-octane est inflammable et constitue un risque d'incendie. Les limites d'explosibilité dans l'air sont comprises entre une fraction volumique de 1,1 % et une fraction volumique de 6,0 %. Ce produit est toxique en cas d'ingestion ou d'inhalation. Il convient, lors de la manipulation de ce solvant, d'utiliser une hotte aspirante appropriée.

5.4 Solution d'acide acétique/iso-octane [60:40 (V/V)], élaborée en mélangeant trois volumes d'acide acétique cristallisable (5.2) pour deux volumes d'iso-octane (5.3).

5.5 Solution d'iodure de potassium, saturée, récemment préparée et exempte d'iode et de iodates.

S'assurer que la solution reste saturée, ce qui est indiqué par la présence de cristaux non dissous. La conserver dans l'obscurité. Procéder à une vérification quotidienne, en ajoutant deux gouttes d'empois d'amidon (5.9) à 0,5 ml de la solution d'iodure de potassium dans 30 ml de la solution d'acide acétique/iso-octane (5.4). Si une coloration bleue apparaît et demande plus d'une goutte de thiosulfate de sodium (5.7) pour disparaître, rejeter la solution d'iodure de potassium et préparer une nouvelle solution.

5.6 Solution de thiosulfate de sodium, $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$, étalonnée immédiatement avant emploi.

Dissoudre 24,9 g de thiosulfate de sodium pentahydraté ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) dans de l'eau distillée et diluer à 1 litre.

5.7 Solution de thiosulfate de sodium, $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,01 \text{ mol/l}$, étalonnée immédiatement avant emploi.

Préparer cette solution en diluant la solution de 5.6.

5.8 Solution de thiosulfate de sodium, $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,002 \text{ mol/l}$, étalonnée immédiatement avant emploi.

Préparer cette solution en diluant la solution de 5.6.

5.9 Empois d'amidon, à 5 g/l.

Mélanger 1 g d'amidon à une petite quantité d'eau distillée froide. Ajouter ce mélange, tout en remuant, dans 200 ml d'eau bouillante. Ajouter 250 mg d'acide salicylique en guise de conservateur et faire bouillir pendant 3 min. Ôter immédiatement de la source de chaleur et laisser refroidir.

S'il est nécessaire de conserver la solution, celle-ci doit être gardée au réfrigérateur entre 4 °C et 10 °C. Une solution doit être fraîchement préparée lorsque le point de virage du titrage n'apparaît pas nettement entre la couleur bleue et l'absence de coloration. En cas de réfrigération, l'empois d'amidon demeure stable pendant environ deux à trois semaines.

NOTE La sensibilité de l'empois d'amidon peut être soumise à l'essai de la manière suivante. Ajouter, à 5 ml d'empois d'amidon (5.9) contenus dans 100 ml d'eau, 0,05 ml de solution d'iodure de potassium (5.5) et une goutte de solution d'hypochlorure de sodium à 0,05 %. Il est primordial que la coloration bleu foncé s'atténue avec l'ajout de 0,05 ml de solution de thiosulfate de sodium (5.6).

6 Appareillage

L'ensemble de l'appareillage utilisé doit être exempt de substances réductrices ou oxydantes. Ne pas utiliser de graisse pour les rodages en verre.

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

6.1 Fioles coniques, de 250 ml de capacité, munies de bouchons en verre rodé.

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 (voir la référence [1]).

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

Veiller, lors du prélèvement et de la conservation de l'échantillon, à ce que celui-ci soit à l'abri de la lumière vive, maintenu au froid et contenu dans des récipients en verre, complètement remplis et hermétiquement clos, munis de bouchons en verre rodé.

8 Préparation de l'échantillon pour essai

Veiller à ce que l'emballage du corps gras ne soit pas détérioré et qu'il soit correctement fermé. En cas de recherche portant sur des paramètres autres que l'indice de peroxyde, le prélèvement de la prise d'essai pour l'indice de peroxyde doit avoir lieu en premier.

Ne pas faire fondre les graisses solides, mais prélever une portion de la graisse dans la partie centrale du matériau, en évitant que la graisse présente en surface ne s'écoule dans la prise d'essai. Transvaser immédiatement la prise d'essai dans une fiole conique et obturer cette dernière.

Les échantillons partiellement solides doivent être homogénéisés en procédant à un mélange et, si nécessaire, à un chauffage modéré, en prenant soin d'éliminer l'air présent dans l'échantillon. Il convient de prélever la prise d'essai dans la partie centrale de l'échantillon.

Dans le cas des huiles, prélever la prise d'essai au moyen d'une pipette dans la partie centrale de l'échantillon.

9 Mode opératoire

Effectuer l'essai sous lumière artificielle ou sous lumière du jour diffuse.

NOTE S'il est demandé de vérifier que l'on satisfait aux exigences données en ce qui concerne la limite de répétabilité (voir 11.2), effectuer deux déterminations séparées conformément à 9.1 et 9.2.

9.1 Prise d'essai

Rincer la fiole conique (6.1) sous courant de gaz inerte pur et sec (dioxyde de carbone ou azote). Peser dans l'une des fioles une masse de l'échantillon avec la précision indiquée dans le tableau 1 et selon l'indice de peroxyde présumé.

Tableau 1 — Masse de la prise d'essai et précision de la pesée

| Indice de peroxyde présumé mmol/kg | Masse de la prise d'essai g | Précision de la pesée g |
|---------------------------------------|--------------------------------|----------------------------|
| 0 à 6 | 5,0 à 2,0 | ±0,01 |
| 6 à 10 | 2,0 à 1,2 | ±0,01 |
| 10 à 15 | 1,2 à 0,8 | ±0,01 |
| 15 à 25 | 0,8 à 0,5 | ±0,001 |
| 25 à 45 | 0,5 à 0,3 | ±0,001 |

9.2 Détermination

Ajouter 50 ml de solution d'acide acétique/iso-octane (5.4) dans la fiole conique et reboucher celle-ci. Dissoudre l'échantillon en faisant tourner la fiole. Ajouter, à l'aide d'une pipette graduée appropriée, 0,5 ml de solution d'iode de potassium saturée (5.5) et reboucher la fiole. Laisser la solution réagir pendant 1 min ± 1 s, tout en l'agitant vigoureusement à au moins trois reprises pendant ce laps de temps, puis ajouter immédiatement 30 ml d'eau distillée.

Titrer la solution avec la solution de thiosulfate de sodium (5.7), en ajoutant celle-ci progressivement et en procédant à une agitation constante et vigoureuse, jusqu'à ce que la coloration jaune de l'iode ait presque totalement disparu. Ajouter environ 0,5 ml d'empois d'amidon (5.9) et continuer le titrage en maintenant l'agitation constante, notamment à proximité du point de virage, afin de libérer toute l'iode de la couche de solvant, en ajoutant la solution de thiosulfate de sodium au goutte à goutte, jusqu'à ce que la coloration bleue ait tout juste disparu.

Si le titrage nécessite l'emploi de moins de 0,5 ml de solution de thiosulfate de sodium à 0,01 mol/l (5.7), répéter la détermination en utilisant la solution de thiosulfate de sodium à 0,002 mol/l (5.8), en pratiquant une agitation constante et vigoureuse.

NOTE Il s'écoule un délai de 15 s à 30 s lors de la neutralisation de l'indicateur à l'amidon dans le cas d'indices de peroxyde supérieurs ou égaux à 35 mmol/kg, en raison de la tendance de l'iso-octane à flotter en surface du milieu aqueux et du temps nécessaire pour mélanger correctement le solvant et le produit de titrage aqueux, libérant ainsi les dernières traces d'iode. Sur la base de résultats d'essais interlaboratoires, il est recommandé d'utiliser la solution de thiosulfate de sodium à 0,01 mol/l (5.7) lorsque l'indice de peroxyde est inférieur à 35 mmol/kg et la solution de thiosulfate de sodium à 0,002 mol/l lorsque l'indice de peroxyde est égal ou inférieur à 6 mmol/kg. Il est possible d'ajouter une petite quantité [0,5 % à 1,0 % (m/m)] d'émulsifiant à valeur élevée de HLB (par exemple, Tween 60¹⁾) dans le mélange réactif, afin de retarder la séparation de phase et de réduire l'écart temporel lors de la libération de l'iode.

9.3 Détermination à blanc

Parallèlement à la détermination sur l'échantillon, effectuer un essai à blanc. Si le résultat de l'essai à blanc dépasse 0,05 ml de solution de thiosulfate de sodium à 0,002 mol/l (5.8), remplacer les réactifs impurs et répéter la détermination sur l'échantillon.

10 Expression des résultats

Calculer l'indice de peroxyde, **exprimé en millimoles d'oxygène actif par kilogramme**, P , en appliquant l'équation suivante:

$$P = \frac{1000 (V - V_0) c}{2m}$$

¹⁾ Tween 60 est l'appellation commerciale d'un 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 approuve ou recommande l'emploi exclusif du produit ainsi désigné.

où

V est le volume, en millilitres, de solution de thiosulfate de sodium utilisé pour la détermination;

V_0 est le volume, en millilitres, de solution de thiosulfate de sodium utilisé pour la détermination à blanc;

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

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

NOTE Si nécessaire, l'indice de peroxyde, **exprimé en milliéquivalents par kilogramme**, P_e , peut être calculé en appliquant l'équation suivante:

$$P_e = \frac{1000 (V - V_0) c}{m}$$

11 Fidélité

11.1 Essai interlaboratoires

Les détails des essais interlaboratoires relatifs à la fidélité de la méthode sont résumés dans l'annexe A. Les valeurs dérivées de ces essais 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, dans le cas d'indices de peroxyde inférieurs ou égaux à 20 mmol/kg, 10 % de la moyenne arithmétique des deux résultats que dans 5 % des cas au plus.

11.3 Reproductibilité

La différence absolue entre deux résultats d'essai individuels, obtenus 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, dans le cas d'indices de peroxyde inférieurs ou égaux à 20 mmol/kg, 75 % de la moyenne arithmétique des deux résultats 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;
- la méthode d'échantillonnage utilisée, si elle est connue;
- la méthode d'essai utilisée, avec référence à la présente Norme internationale;
- tous les détails opératoires non prévus dans la présente Norme internationale, ou considérés comme facultatifs, ainsi que les incidents éventuels susceptibles d'avoir agi sur le(s) résultat(s) d'essai;
- le(s) résultat(s) d'essai obtenu(s) et **les unités utilisées pour l'expression des résultats**;
- si la répétabilité a été vérifiée, le résultat final cité qui a été obtenu.

Annexe A (informative)

Résultats des essais interlaboratoires

La méthode décrite dans la présente Norme internationale a fait l'objet d'essais collaboratifs internationaux conformément à l'ISO 5725²⁾.

Un essai sur de l'huile de tournesol a été organisé par la Federation of Oils, Seeds and Fats Associations (FOSFA) en 1993. Les résultats sont donnés dans le tableau A.1.

Tableau A.1 — Essai réalisé sur de l'huile de tournesol

| | Échantillon 36A | Échantillon 36B |
|---|-----------------|-----------------|
| Nombre de laboratoires | 33 | 33 |
| Nombre de résultats acceptables | 33 | 33 |
| Moyenne, en mmol/kg | 18,1 | 18,9 |
| Limite de répétabilité (<i>r</i>), en mmol/kg | 1,3 | 1,0 |
| Limite de reproductibilité (<i>R</i>), en mmol/kg | 15,6 | 15,6 |

Un essai sur du saindoux, du suif et de la graisse de bœuf a été organisé par le Royaume-Uni en 1994. Les résultats sont donnés dans le tableau A.2.

Tableau A.2 — Essai réalisé sur du saindoux, du suif et de la graisse de bœuf

| | Saindoux | Suif | Graisse de bœuf |
|---|----------|------|-----------------|
| Nombre de laboratoires | 11 | 11 | 11 |
| Nombre de résultats acceptables | 11 | 11 | 11 |
| Moyenne, en mmol/kg | 5,2 | 7,0 | 6,1 |
| Limite de répétabilité (<i>r</i>), en mmol/kg | 0,4 | 1,1 | 0,5 |
| Limite de reproductibilité (<i>R</i>), en mmol/kg | 2,4 | 5,7 | 5,8 |

²⁾ 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.*
- [3] ISO 5725-1:1994, *Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure — Partie 1: Principes généraux et définitions.*
- [4] ISO 5725-2:1994, *Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure — Partie 2: Méthode de base pour la détermination de la répétabilité et de la reproductibilité d'une méthode de mesure normalisée.*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 3960:1998](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3fd28cc4-fc69-4f93-a44e-007d7509edce/iso-3960-1998)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3fd28cc4-fc69-4f93-a44e-007d7509edce/iso-3960-1998>