NORME INTERNATIONALE

ISO 8420

Deuxième édition 2002-04-01

Corps gras d'origines animale et végétale — Détermination de la teneur en composés polaires

Animal and vegetable fats and oils — Determination of content of polar compounds

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 8420:2002 https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b6f3ec58-aa62-4bfe-b36d-6918500b5ec1/iso-8420-2002



PDF - Exonération de responsabilité

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 8420:2002 https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b6f3ec58-aa62-4bfe-b36d-6918500b5ec1/iso-8420-2002

© ISO 2002

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'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax. + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.ch
Web www.iso.ch

Imprimé en Suisse

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 Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 3.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. 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.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments de la présente Norme internationale peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

L'ISO 8420 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, Produits alimentaires, sous-comité SC 11, Corps gras d'origines animale et végétale.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 8420:1990), dont elle constitue une révision technique.

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

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 8420:2002 https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b6f3ec58-aa62-4bfe-b36d-6918500b5ec1/iso-8420-2002

Corps gras d'origines animale et végétale — Détermination de la teneur en composés polaires

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode pour la détermination de la teneur en composés polaires dans les corps gras d'origines animale et végétale.

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 Référence normative

Le document normatif suivant contient des dispositions qui, par suite de la référence qui y est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Pour les références datées, les amendements ultérieurs ou les révisions de ces publications ne s'appliquent pas. Toutefois, les parties prenantes aux accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer l'édition la plus récente du document normatif indiqué claprès. Pour les références non datées, la dernière édition du document normatif en référence s'applique. Les membres de l'ISO et de la CEI possèdent le registre des Normes internationales en vigueur.

https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b6f3ec58-aa62-4bfe-b36d-ISO 661:1989, Corps gras d'origines animale et végetale — Preparation de l'échantillon pour essai

3 Terme et définition

Pour les besoins de la présente Norme internationale, le terme et la définition suivants s'appliquent.

3.1

composés polaires

constituants des corps gras déterminés par chromatographie sur colonne dans les conditions opératoires spécifiées dans la présente Norme internationale

NOTE 1 La teneur en composés polaires est exprimée sous forme de pourcentage en masse.

NOTE 2 Les composés polaires comprennent les substances polaires présentes dans le corps gras avant utilisation, 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

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

5 Réactifs et matériaux

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau distillée ou déminéralisée, ou de l'eau de pureté au moins équivalente.

5.1 Gel de silice, aux particules de granulométrie comprise entre 0,063 mm et 0,200 mm (70 mesh à 230 mesh), tel que le Merck No. 7734 ¹⁾, dont la teneur en eau est amenée à 5 % (fraction massique) en procédant comme suit.

Placer environ 180 g de gel de silice dans une capsule en porcelaine. Mettre à sécher dans une étuve réglée à une température de (160 ± 5) °C pendant au moins 4 h en la remuant de temps en temps, puis refroidir dans un dessiccateur jusqu'à température ambiante. Ajuster la teneur en eau du gel de silice à 5 % (fraction massique) en plaçant 152 g de gel de silice et 8 g d'eau dans un ballon de 500 ml. Boucher le ballon et agiter le contenu pendant 60 min à l'aide d'un agitateur mécanique.

Conserver le gel de silice dans un récipient hermétiquement fermé. Utiliser dans un délai de 24 h ce qui reste de gel de silice conditionné, car il ne peut pas être réactivé ni reconditionné.

- **5.2 Solvant d'élution**, préparé par mélange de 87 parties d'éther de pétrole de qualité pour chromatographie (point d'ébullition situé entre 40 °C et 60 °C) et de 13 parties d'oxyde diéthylique stabilisé (voir l'avertissement en 9.4.6).
- **5.3** Sable, lavé à l'acide et calciné.
- 5.4 Coton hydrophile, qualité pour chirurgie, non absorbant. PREVIEW
- 5.5 Azote, de pureté 99,0 % à 99,8 %. (standards.iteh.ai)

6 Appareillage

ISO 8420:2002

https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b6f3ec58-aa62-4bfe-b36d-

Matériel courant de laboratoire et, en particulier, ce dui suit so-8420-2002

- **6.1** Ballons en verre 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 tout autre appareil permettant d'éliminer les solvants sous vide.
- 6.6 Agitateur mécanique.

¹⁾ Merck No. 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.

7 Échantillonnage

Il est important que le laboratoire reçoive un échantillon réellement représentatif, n'ayant pas été endommagé ou modifié pendant le transport ou 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.

8 Préparation de l'échantillon d'essai

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

Les échantillons semi-solides et solides doivent être chauffés à une température située juste au-dessus de leurs points de fusion et être mélangés avec précaution. Il convient de veiller à ne pas surchauffer les échantillons. Les substances étrangères visibles sont retirées par filtration après mélange. Si de l'eau est présente, un filtre hydrophobique doit être utilisé.

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 exercer une pression. Verser environ 30 ml du solvant d'élution (5.2) dans la colonne et chasser l'air en pressant le coton avec l'agitateur.

Standards.iteh.ai

Dans un bécher, préparer une pâte avec 25 g de gel de silice (5.1) et environ 80 ml du solvant d'élution, puis transférer cette pâte dans la colonne à l'aide d'un entonnoire. Achever le transfert du gel de silice dans la colonne en rinçant le bécher avec le solvant d'élution catalog standards/sist/b6f3ec58-aa62-4bfe-b36d-

6918500b5ec1/iso-8420-2002

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

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

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

9.2 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.

9.3 Prise d'essai

Peser (2,5 ± 0,1) g d'échantillon pour essai (article 8), à 0,001 g près, dans une fiole jaugée de 50 ml.

9.4 Détermination

- **9.4.1** Dissoudre la prise d'essai (9.3) dans environ 20 ml du solvant d'élution (5.2), en chauffant légèrement. Laissez refroidir à température ambiante et diluer à 50 ml avec le solvant d'élution.
- **9.4.2** À l'aide d'une pipette, introduire 20 ml de la solution d'essai (9.4.1) dans la colonne préparée (9.1). Éviter de modifier la surface du sable.
- **9.4.3** Peser, à 0,001 g près, un ballon de 250 ml, préalablement séché à (103 ± 2) °C puis refroidi dans le dessiccateur, et le placer sous la sortie de la colonne.

ISO 8420:2002(F)

- **9.4.4** 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.
- **9.4.5** Poursuivre l'élution des composés non polaires en ajoutant 150 ml du solvant d'élution (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 élution, à l'aide d'une pipette ou d'un compte-gouttes et avec la solution d'élution, entraîner par lavage toute substance adhérant à l'extrémité de la colonne.

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 décrit en 9.4.5 et 9.4.6.

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

9.4.6 Chasser le solvant du ballon sous une pression réduite à l'aide d'un évaporateur rotatif (6.5) et d'un bainmarie régulé à une température n'excédant pas 60 °C. Éviter les pertes dues à la formation de mousse. Retirer les résidus de solvant avec de l'azote.

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.

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

9.4.7 Sécher le ballon dans une étuve à (103 ± 2) °C pendant 30 min. Refroidir dans un dessiccateur et peser à 1 mg près.

Chauffer de nouveau pendant 30 min dans les mêmes conditions, laisser refroidir et peser.

La différence entre ces deux pesées ne doit pas être supérieure à 1 mg. Si c'est néanmoins le cas, répéter les opérations de chauffage, de refroidissement et de pesage jusqu'à ce que la différence entre les deux pesées successives soit inférieure ou égale à 1 mg. Noter la masse finale du ballon.

S'il y a une augmentation significative de la masse (supérieure à 1 mg), il est possible que l'oxydation d'un corps gras séché soit en cours. Dans ce cas, utiliser pour les calculs la valeur de pesée la plus faible.

9.5 Nombre de déterminations

Effectuer deux déterminations sur des prises d'essai (9.3) prélevées sur le même échantillon pour essai (article 8).

10 Expression des résultats

10.1 Calculs

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

$$w = 100 - \frac{(m_1 - m_2) \times 100}{m}$$

οù

 m_1 est la masse, en grammes, du ballon et des composés non polaires (9.4.7);

 m_2 est la masse, en grammes, du ballon vide (9.4.3);

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai dans 20 ml de solution échantillon (9.4.1); dans ce cas précis: 2/5 de 2,5 q.

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

Donner le résultat avec une décimale.

11 Fidélité

11.1 Résultats d'un essai interlaboratoires

Les détails concernant un essai interlaboratoires relatif à la fidélité de la méthode sont résumés dans l'annexe B. 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 que dans 5% des cas au plus la limite de répétabilité r donnée à l'annexe B.

11.3 Reproductibilité iTeh STANDARD PREVIEW

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 que dans 55% des 2cas au plus la limite de reproductibilité R donnée à l'annexe B. https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b6f3ec58-aa62-4bfe-b36d-

6918500b5ec1/iso-8420-2002

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 détails sur tout incident éventuel susceptible d'avoir agi sur le(s) résultat(s) d'essai;
- le(s) résultat(s) d'essai obtenu(s), ou, si la répétabilité a été vérifiée, le résultat final obtenu.