

Troisième édition
2001-12-01

Version corrigée
2003-06-15

**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 3960:2001](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/66a3f00a-54e7-4f4d-b0b5-9aed6802ba4b/iso-3960-2001)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/66a3f00a-54e7-4f4d-b0b5-9aed6802ba4b/iso-3960-2001>



Numéro de référence
ISO 3960:2001(F)

© ISO 2001

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 3960:2001](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/66a3f00a-54e7-4f4d-b0b5-9aed6802ba4b/iso-3960-2001)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/66a3f00a-54e7-4f4d-b0b5-9aed6802ba4b/iso-3960-2001>

© ISO 2001

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 au 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.org
Web www.iso.org

Version française parue en 2002

Publié 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.

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.

La Norme internationale ISO 3960 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits alimentaires*, sous-comité SC 11, *Corps gras d'origines animale et végétale*.

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 3960:1998), dont elle constitue une révision technique. À la suite de la publication de la troisième édition de la version en langue anglaise du présent document [ISO 3960:2001(E)], un Rectificatif technique [ISO 3960:2001/Cor.1:2002(E)] fut publié, modifiant certaines valeurs figurant dans le Tableau A.3.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/66a3f00a-54e7-4f4d-b0b5->

Lors de la rédaction subséquente, en 2002, de la version en langue française du présent document, il fut décidé d'incorporer directement dans le corps du document les valeurs données par le Rectificatif technique.

Or, un nouvel examen par les experts a révélé que les valeurs initiales du Tableau A.3 étaient correctes, en conséquence de quoi le Rectificatif technique fut déclaré caduc et fut annulé.

La présente version corrigée de l'ISO 3960:2001(F) reprend ainsi les valeurs du Tableau A.3 telles qu'elles figurent dans la version en langue anglaise du présent document, publiée en 2001.

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

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3960:2001

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/66a3f00a-54e7-4f4d-b0b5-9aed6802ba4b/iso-3960-2001>

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

1 Domaine d'application

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

2 Références normatives

Les documents normatifs suivants contiennent 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 les éditions les plus récentes des documents normatifs indiqués ci-après. 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.

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 661, *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*
[ISO 3960:2001](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/66a3f00a-54e7-4f4d-b0b5-9aed6802ba4b/iso-3960-2001>

3 Terme et définition

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

3.1

indice de peroxyde

quantité de peroxyde 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 Dans l'industrie, l'indice de peroxyde est habituellement exprimé en milliéquivalents par kilogramme.

NOTE 2 L'indice de peroxyde peut aussi être exprimé (en unités SI) en millimoles 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

Une prise d'essai, en solution dans un mélange d'acide acétique et d'iso-octane, est traitée par une solution d'iodure de potassium. L'iode libéré est titré par une solution titrée de thiosulfate de sodium.

5 Réactifs

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

5.1 Eau, conforme à la qualité 3 selon l'ISO 3696.

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

AVERTISSEMENT — L'acide acétique glacial 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 1,1 % (en volume) et 6,0 % (en volume). 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 (en volume)], élaborée en mélangeant 3 volumes d'acide acétique glacial (5.2) avec 2 volumes d'iso-octane (5.3).

5.5 Solution d'iodure de potassium, saturée, récemment préparée et exempte d'iode et d'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 (5.8) 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, $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$, contrôlée juste 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, $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,01 \text{ mol/l}$, contrôlée juste avant emploi.

Préparer cette solution en diluant la solution précédente (5.6).

5.8 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. Retirer 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 fraîche doit être 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 2 à 3 semaines.

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 contenus dans 100 ml d'eau, 0,05 % de solution d'iodure de potassium (5.5) et une goutte de solution d'hypochlorite de sodium à 0,05 %. Il est primordial que la coloration bleu foncé disparaisse 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

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 figure dans l'ISO 5555:1991 [1].

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 teinté, entièrement remplis et hermétiquement clos par des bouchons en verre rodés.

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.

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

9 Mode opératoire

9.1 Généralités

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

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

NOTE S'il est nécessaire de vérifier que les conditions de répétabilité (voir 11.2) sont remplies, réaliser deux déterminations individuelles conformément à 9.2 et 9.3.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/66a3f00a-54e7-4f4d-b0b5-9aed6802ba4b/iso-3960-2001>

9.2 Prise d'essai

Rincer une fiole conique (6.1) sous courant de gaz inerte pur et sec (dioxyde de carbone ou azote). Peser dans la fiole 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 meq/kg | Masse de la prise d'essai g | Précision de la pesée g |
|--------------------------------------|--------------------------------|----------------------------|
| 0 à 12 | 5,0 à 2,0 | ± 0,01 |
| 12 à 20 | 2,0 à 1,2 | ± 0,01 |
| 20 à 30 | 1,2 à 0,8 | ± 0,01 |
| 30 à 50 | 0,8 à 0,5 | ± 0,001 |
| 50 à 90 | 0,5 à 0,3 | ± 0,001 |

9.3 Détermination

Ajouter 50 ml de solution d'acide acétique/iso-octane (5.4) dans la fiole conique et reboucher celle-ci. Agiter en tournant la fiole jusqu'à ce que l'échantillon soit dissous. Ajouter, à l'aide d'une pipette graduée appropriée, 0,5 ml de solution d'iodure de potassium saturée (5.5) et reboucher la fiole. Afin de réaliser la réaction, agiter vigoureusement la solution au moins à trois reprises pendant 1 min ± 1 s et ajouter immédiatement après 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 (5.8) et continuer le titrage en maintenant l'agitation constante, notamment

à proximité du point de virage, afin de libérer la totalité de 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.

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 70 meq/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. Il est possible d'ajouter une petite quantité [0,5 % à 1,0 % (fraction massique)] 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 de la libération de l'iode.

Dans le cas de corps gras à faible solubilité, tels que les graisses solides et les graisses animales, la procédure suivante doit être utilisée.

Ajouter 20 ml d'iso-octane dans la fiole, reboucher celle-ci et dissoudre l'échantillon en agitant la fiole par mouvements rotatifs. Ajouter immédiatement 30 ml d'acide acétique.

9.4 Détermination à blanc

Parallèlement à la détermination sur l'échantillon, effectuer un essai à blanc. Si le résultat de l'essai à blanc dépasse 0,1 ml de la solution de thiosulfate de sodium à 0,01 mol/l (5.7), remplacer les réactifs impurs et répéter la détermination sur l'échantillon.

10 Expression des résultats

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

10.1 Indice de peroxyde exprimé en milliequivalents d'oxygène actif par kilogramme

Calculer l'indice de peroxyde, P , en appliquant la formule suivante:
ISO 3960:2001
<http://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/66a3f00a-54e7-4f4d-b0b5-9aed6802ba4b/iso-3960-2001>

$$P = \frac{1\,000 (V - V_0) c}{m}$$

où

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

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

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

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

10.2 Indice de peroxyde exprimé en millimoles par kilogramme

L'indice de peroxyde, P' , peut être calculé, si nécessaire, en appliquant la formule suivante:

$$P' = \frac{1\,000 (V - V_0) c}{2m}$$

1) Tween 60 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 approuve ou recommande l'emploi exclusif du produit ainsi désigné.

11 Fidélité

11.1 Essais interlaboratoires

Les détails concernant 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 10 meq/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'essais 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 10 meq/kg, 75 % de la moyenne arithmétique des deux résultats que dans 5 % des cas au plus.

12 Rapport d'essai iTeh STANDARD PREVIEW

Le rapport d'essai doit indiquer: **(standards.iteh.ai)**

- tous les renseignements nécessaires à l'identification complète de l'échantillon;
- la méthode d'échantillonnage utilisée, si elle est connue; ISO 3960:2001
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/66a3f00a-54e7-4f4d-b0b5-9e08610a9230/iso-3960-2001>
- 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) et les unités dans lesquelles le(s) résultat(s) est (sont) exprimé(s);
- si la répétabilité a été vérifiée, le résultat final obtenu.