

---

---

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

*Animal and vegetable fats and oils — Determination of saponification value*

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO 3657:2002](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c221b6b1-69c0-4273-94db-66ca44cae7b1/iso-3657-2002)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c221b6b1-69c0-4273-94db-66ca44cae7b1/iso-3657-2002>



**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 3657:2002](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c221b6b1-69c0-4273-94db-66ca44cae7b1/iso-3657-2002)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c221b6b1-69c0-4273-94db-66ca44cae7b1/iso-3657-2002>

© 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 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.ch](mailto:copyright@iso.ch)  
Web [www.iso.ch](http://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.

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 3657 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 3657:1988), dont elle constitue une révision technique.

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

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c221b6b1-69c0-4273-94db-66ca44cae7b1/iso-3657-2002>

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 3657:2002

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c221b6b1-69c0-4273-94db-66ca44cae7b1/iso-3657-2002>

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

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode pour la détermination de l'indice de saponification des corps gras d'origines animale et végétale. L'indice de saponification est une caractéristique des acides gras libres et estérifiés présents dans l'échantillon analysé.

La méthode est applicable aux corps gras d'origines végétale et animale raffinés et bruts.

En présence d'acides minéraux, les résultats donnés par cette méthode ne sont plus interprétables si l'on ne dose pas séparément l'acidité minérale.

## 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 cette publication 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 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.

<https://standards.iso.org/standards/catalog/standards/sist/c221b6b1-69c0-4273-94db-707070707070>

ISO 661, *Corps gras d'origines animale et végétale — Préparation 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

#### **indice de saponification**

nombre de milligrammes d'hydroxyde de potassium nécessaire pour saponifier 1 g de matière grasse dans les conditions opératoires spécifiées dans la présente Norme internationale

## 4 Principe

Ébullition à reflux d'un échantillon avec une solution éthanolique d'hydroxyde de potassium, puis titrage de l'excès d'hydroxyde de potassium par une solution titrée d'acide chlorhydrique.

## 5 Réactifs

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 Hydroxyde de potassium**, solution  $c(\text{KOH}) = 0,5 \text{ mol/l}$  dans l'éthanol à 95 % (fraction volumique).

Cette solution doit être incolore ou jaune paille. Une solution stable et incolore peut être obtenue selon l'un des modes opératoires suivants.

- a) Faire bouillir à reflux 1 litre d'éthanol avec 8 g d'hydroxyde de potassium et 5 g de copeaux d'aluminium pendant 1 h, puis distiller immédiatement. Dissoudre dans le distillat la quantité requise d'hydroxyde de potassium (à peu près 35 g). Laisser reposer pendant plusieurs jours, puis décantier le liquide clair surnageant dans un flacon en verre brun pour le séparer du carbonate de potassium déposé.
- b) Ajouter 4 g de *tert*-butylate d'aluminium à 1 litre d'éthanol et laisser le mélange reposer pendant plusieurs jours. Décantier le liquide surnageant et dissoudre dans ce liquide la quantité requise d'hydroxyde de potassium. Laisser reposer pendant plusieurs jours, puis décantier le liquide clair surnageant dans un flacon en verre brun pour le séparer du carbonate de potassium déposé.

**5.2 Acide chlorhydrique**, solution titrée,  $c(\text{HCl}) = 0,5 \text{ mol/l}$ .

**5.3 Phénolphaléine**, solution à ( $\rho = 0,1 \text{ g/100 ml}$ ) dans l'éthanol à 95 % (fraction volumique).

**5.4 Bleu alcalin 6B**, solution à ( $\rho = 2,5 \text{ g/100 ml}$ ) dans l'éthanol à 95 % (fraction volumique).

**5.5 Régularisateurs d'ébullition.**

(standards.iteh.ai)

## 6 Appareillage

ISO 3657:2002

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c221b6b1-69c0-4273-94db-66ca44cae7b1/iso-3657-2002>

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

**6.1 Fiole conique**, de capacité 250 ml, en verre résistant aux alcalis, à col rodé.

**6.2 Réfrigérant à reflux**, avec rodage en verre adaptable à la fiole conique (6.1).

**6.3 Dispositif de chauffage** (par exemple bain d'eau, plaque électrique chauffante ou tout autre appareil approprié).

Ne pas utiliser de flamme nue.

**6.4 Burette**, de capacité 50 ml, graduée en 0,1 ml, ou **burette automatique**.

**6.5 Pipette**, de capacité 25 ml, ou **pipette automatique**.

**6.6 Balance analytique.**

## 7 Échantillonnage

Il est important que le laboratoire reçoive un échantillon 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 présentée dans l'ISO 5555.

## 8 Préparation de l'échantillon pour essai

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

Mélanger les échantillons pour essai et les filtrer soigneusement s'il y a des impuretés visibles. Si la filtration est nécessaire, le rapport d'essai doit en faire mention.

## 9 Mode opératoire

### 9.1 Prise d'essai

Peser, à 5 mg près, environ 2 g d'échantillon pour essai (article 8) dans une fiole conique (6.1).

La prise d'essai de 2 g a été déterminée sur la base d'indices de saponification de 170 à 200. Pour d'autres indices de saponification, il convient de modifier la masse de façon à neutraliser la moitié environ de la solution éthanolique d'hydroxyde de potassium. Les recommandations concernant la masse de la prise d'essai sont présentées au Tableau 1.

Tableau 1 — Masse de la prise d'essai

Indice de saponification prévu	Masse de la prise d'essai
150 à 200	2,2 g à 1,8 g
200 à 250	1,7 g à 1,4 g
250 à 300	1,3 g à 1,2 g
> 300	1,1 g à 1,0 g

iteh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

### 9.2 Détermination

9.2.1 Ajouter à la prise d'essai, à l'aide de la pipette (6.5), 25,0 ml de la solution éthanolique d'hydroxyde de potassium (5.1) et quelques régularisateurs d'ébullition (5.5). Relier le réfrigérant à reflux (6.2) à la fiole, placer la fiole sur le dispositif de chauffage (6.3) et faire bouillir doucement, en agitant de temps en temps, pendant 60 min, sauf pour les corps gras à point de fusion élevé, difficiles à saponifier, pour lesquels le temps d'ébullition doit être de 2 h.

9.2.2 Ajouter, à la solution chaude, de 0,5 ml à 1 ml de la solution de phénolphaléine (5.3) et titrer avec l'acide chlorhydrique (5.2) jusqu'à disparition de la couleur rose de l'indicateur. Si la solution est fortement colorée, utiliser 0,5 ml à 1 ml de solution de bleu alcalin 6B (5.3).

### 9.3 Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc en suivant le même mode opératoire qu'en 9.2, en utilisant également 25,0 ml de la solution éthanolique d'hydroxyde de potassium (5.1), mais en omettant la prise d'essai.

## 10 Expression des résultats

L'indice de saponification,  $I_s$ , est donné par la formule suivante:

$$I_s = \frac{(V_0 - V_1) \times c \times 56,1}{m}$$

où

$V_0$  est le volume, en millilitres, de l'acide chlorhydrique (5.2), utilisé pour l'essai à blanc;

$V_1$  est le volume, en millilitres, de l'acide chlorhydrique (5.2), utilisé pour la détermination;

$c$  est la concentration exacte, en moles par litre, de l'acide chlorhydrique (5.2);

$m$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai (9.1).

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

Donner le résultat sous forme de nombre entier.

## 11 Fidélité

### 11.1 Essai interlaboratoires

Un essai interlaboratoires, effectué en 2000 au niveau international par le DIN, et auquel ont participé 22 laboratoires, dont chacun a effectué deux déterminations sur chaque échantillon, a donné les résultats statistiques présentés dans l'annexe A.

### 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 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 dans l'annexe A.

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

### 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 que dans 5 % des cas au plus la limite de reproductibilité,  $R$ , donnée dans l'annexe A.

## 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;
- la solution indicatrice utilisée (5.3) ou (5.4);
- 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.

## Annexe A (informative)

### Résultats d'un essai interlaboratoires

Un essai interlaboratoires auquel ont participé 22 laboratoires de 8 pays a été effectué sur les corps gras suivants:

- huile de coco (A);
- huile de palme (B);
- huile de colza (C);
- huile aux triglycérides à chaîne moyenne (TCM);
- mélange à 60 % de A et 40 % de TCM.

L'essai a été organisé en 2000 par le DIN, et les résultats obtenus ont été soumis à une analyse statistique conformément à l'ISO 5725-2 qui a donné les résultats de fidélité indiqués dans le Tableau A.1.

**Tableau A.1 — Données de fidélité**

	Échantillon				
	Huile de colza (C)	Huile de palme (B)	Huile de coco (A)	60 % A + 40 % D (E)	Huile de TCM (D)
Nombre de laboratoires participants	22	22	22	22	20
Nombre de laboratoires retenus après élimination des aberrants	19	17	20	18	16
Nombre de résultats d'essai individuels de tous les laboratoires pour chaque échantillon	38	34	40	36	32
Valeur moyenne	190,2	199,5	256,8	287,5	334,1
Écart-type de répétabilité ( $s_r$ )	0,7	0,6	0,7	0,7	1,4
Coefficient de variation de la répétabilité, %	0,4	0,3	0,3	0,2	0,4
Limite de répétabilité ( $r$ )	2,1	1,6	2,0	2,0	3,9
Écart-type de reproductibilité ( $s_R$ )	1,8	2,0	4,2	2,4	2,9
Coefficient de variation de la reproductibilité, %	0,9	1,0	1,6	0,8	0,9
Limite de reproductibilité ( $R$ )	5,0	5,7	11,7	6,6	8,0