
**Corps gras d'origines animale et
végétale — Dosage de l'hexane technique
résiduel**

*Animal and vegetable fats and oils — Determination of residual technical
hexane content*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 9832:2002](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1e7b7271-a59b-4657-a346-aa58fb87fe8d/iso-9832-2002)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1e7b7271-a59b-4657-a346-
aa58fb87fe8d/iso-9832-2002](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1e7b7271-a59b-4657-a346-aa58fb87fe8d/iso-9832-2002)



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 9832:2002](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1e7b7271-a59b-4657-a346-aa58fb87fe8d/iso-9832-2002)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1e7b7271-a59b-4657-a346-aa58fb87fe8d/iso-9832-2002>

© 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 9832 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 9832:1992), dont elle constitue une révision mineure avec notamment l'incorporation de l'Amendement 1:1998.

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

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 9832:2002

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1e7b7271-a59b-4657-a346-aa58fb87fe8d/iso-9832-2002>

Corps gras d'origines animale et végétale — Dosage de l'hexane technique résiduel

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de dosage de l'hexane technique résiduel dans les corps gras d'origines animale et végétale (désignés ci-après par «corps gras»).

Cette méthode convient pour le dosage de teneurs en hexane comprises entre 10 mg et 1 500 mg par kilogramme de corps gras.

La méthode n'est pas applicable aux huiles marines.

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 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.

ISO 661:1989, *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

teneur en hexane technique résiduel

teneur en hydrocarbures volatils tels que ceux restant dans les corps gras après la mise en œuvre d'un mode opératoire utilisant des solvants à base d'hydrocarbures, et déterminée selon la méthode spécifiée dans la présente Norme internationale

NOTE La teneur est exprimée en milligrammes d'hexane par kilogramme d'échantillon.

4 Principe

Désorption des hydrocarbures volatils par chauffage à 80 °C dans un récipient fermé, après ajout d'un étalon interne. Dosage des hydrocarbures volatils particuliers dans l'espace de tête par chromatographie en phase gazeuse sur colonne remplie ou sur colonne capillaire.

5 Réactifs

Sauf indication différente, 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 Hexane technique, d'une composition analogue à celle de l'hexane utilisé dans les méthodes de traitement industrielles ou, à défaut, ***n*-hexane**.

Pour l'étalonnage, il est recommandé d'utiliser de l'hexane technique. Celui-ci a généralement une teneur en *n*-hexane de 50 % (en masse) et est principalement constitué d'isomères en C₆, mais il peut renfermer des hydrocarbures en C₅ et en C₇.

5.2 Étalon interne, *n*-hexane.

À défaut de *n*-hexane, on peut utiliser du cyclohexane, à condition que le solvant (5.1) employé pour l'extraction ou l'étalonnage ait une teneur négligeable en cyclohexane et/ou en *n*-hexane ou en composants à temps de rétention analogue.

5.3 Gaz vecteur, par exemple hydrogène, azote, hélium, etc., soigneusement déshydraté et ayant une teneur en oxygène inférieure à 10 mg/kg.

5.4 Gaz auxiliaires, hydrogène (pur à 99,9 %, exempt d'impuretés organiques) et air (exempt d'impuretés organiques).

5.5 Corps gras d'étalonnage, corps gras végétal récemment raffiné et désodorisé, ayant une teneur négligeable en hexane technique.

Il convient que ce produit soit exempt de peroxydes ou de tout autre constituant susceptible de se décomposer avec formation de matières volatiles, susceptibles d'être confondues avec des hydrocarbures pendant l'essai.

6 Appareillage

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

6.1 Fioles, de 20 ml de capacité, bouchées avec un septum.

6.2 Septa, inertes aux corps gras et aux solvants, faits en un matériau tel que caoutchouc butyle ou caoutchouc rouge, exempt de résidus de solvant hydrocarboné, et d'une qualité appropriée pour qu'ils ne gonflent pas pendant l'emploi, ainsi que **couvercles en aluminium** adaptés aux fioles (6.1) et **pincettes à sertir**.

6.3 Pincettes, appropriées pour tenir les fioles (6.1).

6.4 Seringues, de 10 µl de capacité, utilisées uniquement pour l'analyse de l'hexane technique résiduel. Elles ne doivent pas être nettoyées avec un solvant hydrocarboné.

6.5 Seringues, de 1 µl de capacité, utilisées uniquement pour l'analyse de l'hexane technique résiduel. Elles ne doivent pas être nettoyées avec un solvant hydrocarboné.

6.6 Seringues, de 1 000 µl de capacité, étanches aux gaz, utilisées uniquement pour l'analyse de l'hexane technique résiduel. Elles ne doivent pas être nettoyées avec un solvant hydrocarboné.

6.7 Chromatographe en phase gazeuse, muni d'un détecteur à ionisation de flamme et d'un intégrateur et/ou d'un enregistreur, équipé

- a) soit d'une colonne remplie, en verre, de 2 m à 4 m de longueur et de 3,2 mm de diamètre intérieur, garnie avec un support en terre de diatomées de granulométrie comprise entre 150 µm et 180 µm (le Chromosorb P NAW à 60-80 mesh¹⁾ convient), lavée aux acides et silanisée, et garnie de perhydrosqualène à 10 %, ou avec toute autre phase permettant d'obtenir la séparation chromatographique requise,
- b) soit d'une colonne capillaire en verre, d'environ 30 m de longueur et de 0,3 mm de diamètre intérieur, garnie de polyméthylsiloxane d'épaisseur de film 0,2 µm.

L'injecteur et le détecteur doivent être réglés à 100 °C et la température du four doit être de 50 °C.

Si l'on utilise une colonne capillaire [voir b)], l'appareil doit être équipé d'un système d'injection fractionné au 1/100.

NOTE Pour les analyses en série, un chromatographe en phase gazeuse à espace de tête avec injection automatique de l'échantillon et de bain de trempage s'est révélé satisfaisant. Dans ce cas, l'injection manuelle n'est pas nécessaire.

6.8 Bain chauffant, équipé d'un dispositif de serrage pour maintenir les fioles bouchées avec un septum, réglé à l'aide d'un thermostat à 80 °C ± 2 °C.

NOTE Pour le fonctionnement en continu, il est recommandé d'employer de la glycérine comme milieu de chauffage.

6.9 Agitateur mécanique.

7 Échantillonnage

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

Il est indispensable que l'échantillon soit protégé contre un gain ou une perte de résidus de solvant.

8 Préparation de l'échantillon pour essai

Préparer l'échantillon pour essai conformément à l'ISO 661, en prenant soin d'éviter un gain ou une perte de solvant.

9 Mode opératoire

9.1 Étalonnage

9.1.1 Peser, à 0,01 g près, 5 g de corps gras d'étalonnage (5.5) dans chacune des sept fioles (6.1). Boucher chaque fiole avec un septum et un couvercle (6.2).

Dans six des sept fioles (6.1) introduire, à l'aide d'une seringue (6.4 ou 6.5), la quantité de solvant (5.1) spécifiée au Tableau 1 pour obtenir les concentrations indiquées. Ne pas introduire de solvant dans la septième fiole.

Agiter vigoureusement, pendant 1 h et à température ambiante, les six fioles auxquelles le solvant a été ajouté, à l'aide de l'agitateur (6.9).

1) Chromosorb P NAW 60-80 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 du produit ainsi désigné.

Tableau 1 — Concentration de l'hexane dans les échantillons pour étalonnage

Volume d'hexane technique ou de <i>n</i> -hexane ajouté μl	Teneur d'hexane (mg/kg) dans une fiole en cours d'emploi	
	Hexane technique	<i>n</i> -hexane
0,5	67	66
1	134	132
2	268	264
4	536	528
7	938	924
10	1 340	1 320

9.1.2 À la fin de cette période, introduire, à l'aide d'une seringue (6.4), $5 \mu\text{l} \pm 0,1 \mu\text{l}$ de l'étalon interne (5.2) dans chacune des sept fioles, à travers le septum.

Pour des teneurs en hexane comprises entre 10 mg/kg et 20 mg/kg, il est préférable d'introduire $2 \mu\text{l}$ d'étalon interne (5.2).

Mélanger les contenus vigoureusement à la main pendant environ 1 min, en conférant à la fiole un mouvement circulaire dans un plan horizontal de telle manière que le corps gras ne vienne pas en contact avec le septum. Si cela se produit, rejeter la fiole et recommencer avec une autre prise d'essai de corps gras d'étalonnage.

ATTENTION — Si du corps gras se dépose sur le septum, il contaminera l'aiguille lors du prélèvement du gaz dans l'espace de tête et les impuretés seront transférées dans la colonne; il est particulièrement important d'éviter une telle contamination lorsqu'on utilise des colonnes capillaires.

Toutes les 15 min (c'est-à-dire le temps de rétention de l'étalon interne), placer une fiole à la fois jusqu'au niveau du col dans le bain chauffant (6.8) réglé à $80 \text{ }^\circ\text{C}$, afin que l'équilibre entre le corps gras et l'espace de tête soit atteint.

9.1.3 Après avoir chauffé chaque fiole pendant $60 \text{ min} \pm 1 \text{ min}$, prélever à l'aide d'une seringue (6.6) chauffée à $60 \text{ }^\circ\text{C}$ (sans sortir la fiole du bain), $1\,000 \mu\text{l}$ de la phase gazeuse et injecter immédiatement dans le chromatographe la phase gazeuse ainsi retirée.

9.1.4 À partir du chromatogramme correspondant à la fiole n'ayant pas fait l'objet d'un ajout de solvant, calculer la teneur en hexane, A_c , qui est exprimée en pourcentage des aires totales des pics.

9.1.5 À partir de chacun des chromatogrammes correspondant à chacun des échantillons d'étalonnage enrichis en hexane technique, calculer le facteur d'étalonnage, F , selon la formule suivante:

$$F = \frac{w_h \cdot A_{is}}{(A_t - A_c - A_{is}) w_{is}}$$

où

A_c est la teneur en hexane calculée en 9.1.4;

A_{is} est la teneur en étalon interne du corps gras d'étalonnage (5.5) avec le solvant ajouté, exprimée en pourcentage des aires totales des pics;

A_t est la teneur totale en hydrocarbures, y compris l'étalon interne, du corps gras d'étalonnage (5.5) avec le solvant ajouté, exprimée en pourcentage des aires totales des pics;

w_h est la teneur en solvant (5.1) du corps gras d'étalonnage (5.5) avec le solvant ajouté, exprimée en milligrammes par kilogramme;

w_{is} est la teneur en étalon interne dans le corps gras (5.5) avec le solvant ajouté, exprimée en milligrammes par kilogramme, c'est-à-dire 680 pour le *n*-heptane ou 780 pour le cyclohexane.

NOTE Si seulement 2 μ l d'étalon interne sont ajoutés en 9.1.2, w_{is} est égal à 272 pour le *n*-heptane ou à 312 pour le cyclohexane.

Exprimer les résultats avec trois décimales.

Les facteurs d'étalonnage des six échantillons étalons doivent être approximativement égaux. Calculer la valeur moyenne arithmétique \bar{F} , qui devrait se situer aux alentours de 0,45 pour l'heptane. Le coefficient \bar{F} ainsi évalué peut être utilisé pour déterminer des quantités d'hexane dans les fioles inférieures à 60 mg/kg. Si la valeur de F trouvée dans la fiole contenant 0,5 μ l de solvant (5.1) est considérablement inférieure à la valeur moyenne \bar{F} , cet écart est vraisemblablement dû à la difficulté d'introduire exactement 0,5 μ l, et il convient d'éliminer ou de répéter cette détermination.

Le facteur d'étalonnage moyen pour du cyclohexane se situe en général aux alentours de 0,57, tandis qu'il est d'environ 0,45 pour le *n*-heptane.

9.2 Détermination

9.2.1 Peser, à 0,01 g près, une prise d'essai de 5 g de l'échantillon pour essai (article 8) dans une fiole (6.1) aussi rapidement que possible et la boucher immédiatement avec un septum et un couvercle (6.2).

9.2.2 Injecter 5 μ l d'étalon interne (5.2) à travers le septum au moyen de la seringue (6.4). Mélanger les contenus vigoureusement à la main pendant environ 1 min en conférant à la fiole un mouvement circulaire dans un plan horizontal de telle sorte que les corps gras ne touchent pas le septum. Si néanmoins cela devait arriver, rejeter la fiole et recommencer avec une autre prise d'essai. (Voir «ATTENTION» en 9.1.2.) Plonger la fiole jusqu'au niveau du col dans le bain chauffant (6.8) réglé à 80 °C pendant 60 min \pm 1 min.

9.2.3 Prélever 1 000 μ l de la phase gazeuse à l'aide d'une seringue (6.6) chauffée à 60 °C, sans sortir la fiole du bain chauffant. Injecter immédiatement dans le chromatographe la phase gazeuse ainsi prélevée.

9.2.4 Déterminer la teneur en hexane technique résiduel de l'échantillon à partir du chromatogramme obtenu (voir l'exemple donné à la Figure 1) en mesurant les pics identifiés comme provenant de l'hexane, et non des produits de décomposition.

9.3 Nombre de déterminations

Effectuer la détermination sur deux prises d'essais provenant du même échantillon pour essai rapidement l'une après l'autre.