
**Corps gras d'origines animale et végétale —
Dosage des polymères de type polyéthylène**

*Animal and vegetable fats and oils — Determination of polyethylene-type
polymers*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6656:2002

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9c8f90a8-5ab5-4ea4-9fe-9fe4b28f82f7/iso-6656-2002>



Numéro de référence
ISO 6656:2002(F)

© ISO 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 6656:2002

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9c8f90a8-5ab5-4ea4-9fle-9fe4b28f82f7/iso-6656-2002>

© 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
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.

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 6656 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 6656:1984), qui a fait l'objet d'une révision d'ordre rédactionnel en incorporant notamment une notice d'avertissement relative à l'emploi de certains solvants.

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

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9c8f90a8-5ab5-4ea4-9ffe-9fe4b28f82f7/iso-6656-2002>

Introduction

La présence de polymères de type polyéthylène, ayant pour origine les matériaux d'emballage, peut entraîner de graves ennuis lors du traitement des matières grasses, car ceux-ci peuvent conduire à des dépôts et des colmatages des filtres, des blocages des vannes, etc. Ils peuvent également conduire à l'apparition de petits grains colorés en savonnerie.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6656:2002

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9c8f90a8-5ab5-4ea4-9fe-9fe4b28f82f7/iso-6656-2002>

Corps gras d'origines animale et végétale — Dosage des polymères de type polyéthylène

AVERTISSEMENT — La méthode décrite dans la présente Norme internationale nécessite l'emploi de chloroforme et de tétrachloréthylène. Ces substances sont toxiques et contribuent à la diminution de l'ozone. Éviter l'inhalation de, et l'exposition à, ces solvants. Travailler sous hotte ventilée lors de la manipulation de ces solvants et de leurs solutions.

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale décrit la méthode de référence pour le dosage des polymères de type polyéthylène dans les corps gras d'origines animales et végétale.

En dessous de 50 mg de polymères par kilogramme, la fidélité de la méthode est notoirement insuffisante (voir les résultats du suif 1 au Tableau A.1).

Cette méthode est utilisée en particulier avec les corps gras d'origine animale.

2 Terme et définition

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

2.1

polymères de type polyéthylène

substances étrangères aux corps gras, solubles dans le tétrachloréthylène bouillant

EXEMPLE Les polyéthylènes qui ont pour origine les matériaux d'emballage.

3 Principe

Après traitement acide pour décomposer les savons éventuellement présents, dissolution d'une prise d'essai dans le chloroforme (qui laisse les polymères de type polyéthylène en suspension) et filtration à travers un creuset filtrant garni d'un lit d'adjuvant de filtration. Lavage du creuset et de son contenu, séchage et pesée. Extraction des polymères de type polyéthylène à partir de l'insoluble par du tétrachloréthylène bouillant. Séchage du creuset et de son contenu et nouvelle pesée.

4 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.

4.1 Méthanol, ne contenant pas plus de 0,5 % (en masse) d'eau

4.2 Acétone.

4.3 Chloroforme.

4.4 Tétrachloréthylène.

4.5 Acide chlorhydrique, solution éthanolique.

Mélanger 1 volume d'acide chlorhydrique ($\rho_{20} = 1,19 \text{ g/ml}$) avec 9 volumes d'éthanol à 95 % (en volume).

4.6 Adjuvant de filtration du type terre de diatomées, lavé aux acides.

5 Appareillage

AVERTISSEMENT — Le matériel en matière plastique est susceptible d'être attaqué par les solvants (en particulier le chloroforme ou le tétrachloréthylène). Des précautions doivent être prises pour s'assurer que les solvants utilisés ne viennent pas en contact avec des plastiques.

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

5.1 Bécher, de 1 000 ml de capacité.

5.2 Fioles à filtrer, de 250 ml et 1 000 ml de capacités.

5.3 Creuset filtrant, de porosité P 40 ($16 \mu\text{m}$ à $40 \mu\text{m}$).

5.4 Dessiccateur.

5.5 Agitateur magnétique, avec plaque chauffante.

5.6 Étuve, réglable à $103 \pm 2^\circ\text{C}$.

5.7 Balance analytique.

ITEH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

6 Échantillonnage

ISO 6656:2002

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9c8f90a8-5ab5-4ea4-9fle-06d1238f213/iso-6656-2002>

Les polymères étant souvent répartis de façon hétérogène dans un lot, il est nécessaire d'opérer avec un soin particulier pour obtenir des échantillons représentatifs.

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.

7 Mode opératoire

AVERTISSEMENT — Éviter le contact des réactifs avec la peau. Ne pas respirer les vapeurs. Effectuer toutes les opérations sous une hotte convenable.

7.1 Préparation de l'échantillon pour essai

Porter l'échantillon de corps gras une température comprise entre 110°C et 120°C . L'agiter pendant 3 min à 4 min afin d'obtenir une homogénéisation complète.

7.2 Prise d'essai

Dans un bécher de 1 000 ml (5.1) peser, à 0,1 g près, environ 100 g de l'échantillon pour essai (7.1).

Pour des échantillons présumés contenir plus de 500 mg de polymères de type polyéthylène par kilogramme, la prise d'essai peut être réduite à 50 g.

7.3 Traitement acide

Ajouter 75 ml de la solution éthanolique d'acide chlorhydrique (4.5) à la prise d'essai, couvrir le bécher et agiter avec l'agitateur magnétique (5.5) pendant 5 min à une température comprise entre 60 °C et 70 °C.

Refroidir au-dessous de 35 °C, puis ajouter 270 ml de chloroforme (4.3) et mélanger jusqu'à dissolution du corps gras (la solution peut ne pas être limpide). Ajouter 1,0 g d'adjuvant de filtration (4.6) mis en suspension dans 30 ml de chloroforme (pour éviter la formation de grumeaux).

7.4 Détermination

7.4.1 Préparer un lit filtrant en mettant en suspension environ 0,5 g d'adjuvant de filtration (4.6) dans 30 ml de chloroforme (4.3) et en filtrant à travers le creuset (5.3). Filtrer dans une fiole à filtrer de 1 000 ml (5.2) le contenu du bécher préalablement agité, en s'aidant si nécessaire d'une aspiration.

7.4.2 Laver le bécher avec environ 50 ml de chloroforme et le faire passer lentement à travers le lit filtrant en s'aidant d'une aspiration et en laissant le niveau du chloroforme dans le creuset à 5 mm au-dessus du lit filtrant. Répéter le lavage avec 50 ml de méthanol (4.1) en prenant les mêmes précautions.

7.4.3 Répéter dans les mêmes conditions les opérations de lavage, en lavant le creuset alternativement avec du chloroforme et du méthanol (par portions de 50 ml) jusqu'à utilisation d'un total de 150 ml de chloroforme et de 100 ml de méthanol. Poursuivre l'aspiration jusqu'à ce que le creuset soit sec.

7.4.4 Laver la partie inférieure du creuset avec du chloroforme. Laver deux fois, en s'aidant d'une aspiration, le contenu du creuset avec 25 ml d'acétone (4.2) pour éliminer l'eau adsorbée. Aspirer de l'air à travers le creuset pendant 1 min.

7.4.5 Lorsque le creuset paraît sec, le placer dans l'étuve (5.6) réglée à 103 °C et l'y laisser séjourner pendant 15 min à 30 min.

7.4.6 Laisser refroidir le creuset dans le dessiccateur (5.4) pendant 30 min et peser à 0,1 mg près. Répéter le séchage, le refroidissement et la pesée, jusqu'à ce que la différence entre deux pesées consécutives ne dépasse pas 1 mg. Noter la masse obtenue (m_1).

7.4.7 Porter, de nouveau, le creuset et son contenu à 103 °C dans l'étuve (5.6), et laver le contenu du creuset avec 25 ml de tétrachloréthylène bouillant (4.4), si possible sans aspiration, et en utilisant une fiole à filtrer de 250 ml (5.2) propre et sèche pour recueillir le filtrat. Laver quatre fois encore avec des portions de 25 ml de tétrachloréthylène bouillant, et aspirer l'air à travers le creuset pendant 2 min.

7.4.8 Laver le creuset avec 50 ml d'acétone (4.2) afin d'éliminer les traces de tétrachloréthylène et aspirer l'air à travers le creuset pendant 2 min.

7.4.9 Placer le creuset dans l'étuve (5.6) réglée à 103 °C et l'y laisser séjourner pendant 15 min à 30 min. Le laisser refroidir dans le dessiccateur (5.4) pendant 30 min et peser à 0,1 mg près.

7.4.10 Répéter les lavages avec du tétrachloréthylène bouillant (voir 7.4.7) et de l'acétone (voir 7.4.8) ainsi que le séchage, le refroidissement et la pesée (voir 7.4.9), jusqu'à ce que la différence entre deux pesées consécutives ne dépasse pas 1 mg. Noter la masse obtenue (m_2).

7.5 Nombre de déterminations

Effectuer deux déterminations sur le même échantillon pour essai.

8 Expression des résultats

La teneur en polymères de type polyéthylène, w , exprimée en milligrammes par kilogramme, est égale à

$$w = \frac{m_1 - m_2}{m_0} \times 10^6$$

où

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai (7.2);

m_1 est la masse, en grammes, du creuset et de l'insoluble avant extraction (7.4.6);

m_2 est la masse, en grammes, du creuset et de l'insoluble après extraction (7.4.10).

Prendre comme résultat la moyenne arithmétique des valeurs obtenues dans les deux déterminations.

9 Fidélité

Les détails d'un essai interlaboratoires relatif à la fidélité de la méthode sont résumés dans l'annexe A. Les valeurs dérivées de cet essai peuvent ne pas s'appliquer aux plages de concentrations ou matrices autres que celles données.

10 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit spécifier:

- toutes les informations 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 spécifiés dans la présente Norme internationale, ou considérés comme facultatifs, ainsi que les détails de tout incident susceptible d'avoir influencé le(s) résultat(s) d'essai;
- le(s) résultat(s) d'essai obtenu(s) ou, si la répétabilité a été contrôlée, le résultat final obtenu.

Annexe A (informative)

Résultats de l'essai interlaboratoires

Un essai interlaboratoires organisé sur le plan international avec la participation de 10 laboratoires, chacun d'eux ayant effectué un nombre variable de déterminations, a donné les résultats statistiques (déterminés selon l'ISO 5725:1986) indiqués dans le Tableau A.1.

Tableau A.1

	Suif 1	Suif 2
Nombre de laboratoires retenus après élimination des aberrants	10	9
Moyenne, mg/kg	41	184
Écart-type de répétabilité (s_r), mg/kg	8	15
Coefficient de variation de répétabilité, %	20	8,4
Limite de répétabilité (r) ($2,83 \times s_r$), mg/kg	23	24
Écart-type de reproductibilité (s_R), mg/kg	14	33
Coefficient de variation de reproductibilité, %	34	18
Limite de reproductibilité (R) ($2,83 \times s_R$), mg/kg	39	92

ISO 6656:2002

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9c8f90a8-5ab5-4ea4-9fe-9fe4b28f82f7/iso-6656-2002>