
**Corps gras d'origines animale et
végétale — Détermination de l'indice de
peroxyde — Détermination avec point
d'arrêt iodométrique**

*Animal and vegetable fats and oils — Determination of peroxide
value — Iodometric (visual) endpoint determination*

PREVIEW
iTeh STANDARD
(standards.ittehs.com)
Full standard:
<https://standards.ittehs.com/catalog/standards/sis/0861-4f1e-8eef-a55890c8a02c/iso-3960-2007>



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)
Full standard:
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3621d060-0861-4f1e-8eef-a55890cba02c/iso-3960-2007>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2007

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.org
Web www.iso.org

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 2.

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 du présent document 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 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 quatrième édition annule et remplace la troisième édition (ISO 3960:2001), qui a fait l'objet d'une révision technique.

Introduction

Depuis de nombreuses années, diverses méthodes ont été élaborées afin de déterminer l'indice de peroxyde des corps gras. Le principe général de la plupart de ces méthodes est la libération d'iode par l'iodure de potassium en milieu acide. La méthode Wheeler s'est vue normalisée il y a plus de 50 ans par différents organismes de normalisation. Elle est actuellement beaucoup utilisée pour le contrôle des marchandises par les producteurs, les réceptionnaires et les laboratoires officiels. Les valeurs limites admises pour les indices de peroxyde sont souvent spécifiées dans les législations nationale et internationale relatives aux aliments (notamment le Codex Alimentarius). En raison d'anomalies dans la reproductibilité des résultats, de légères différences entre les méthodes normalisées ont pu être constatées. Il est très important de retenir que le résultat dépend de la quantité d'échantillon utilisée pour effectuer la détermination. Comme la détermination de l'indice de peroxyde (IP) est un mode opératoire éminemment empirique, l'ISO/TC 34/SC 11 a décidé de fixer la masse de l'échantillon à 5 g pour un $IP > 1$ et à 10 g pour un $IP \leq 1$, et de limiter l'applicabilité de cette méthode aux corps gras d'origines animale et végétale dont l'indice de peroxyde est compris entre 0 milliéquivalents et 30 milliéquivalents d'oxygène actif par kilogramme. Il convient que l'utilisateur de la présente Norme internationale sache que les résultats obtenus peuvent être légèrement inférieurs à ceux obtenus avec les précédentes normes.

PREVIEW
iTeh STANDARD
(standards.itih.ai)
Full standard:
<https://standards.itih.ai/catalog/standards/sist/3621d060-0861-4f1e-8eef-a55890cba02c/iso-3960-2007>

Corps gras d'origines animale et végétale — Détermination de l'indice de peroxyde — Détermination avec point d'arrêt iodométrique

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination iodométrique de l'indice de peroxyde des corps gras d'origines animale et végétale par la détection visuelle de la fin du dosage ou de l'équivalence. L'indice de peroxyde est une mesure de la quantité d'oxygène chimiquement lié à une huile ou un corps gras sous forme de peroxydes, en particulier d'hydroperoxydes.

Cette méthode s'applique à tous les corps gras d'origines animale et végétale, aux acides gras et à leurs mélanges pour des indices de peroxyde compris entre 0 milliéquivalents et aux 30 milliéquivalents (még) d'oxygène actif par kilogramme. Elle est également applicable aux margaines et matières grasses à tartiner de teneur en eau variable. La présente méthode ne convient pas pour les matières grasses présentes dans le lait; elle ne s'applique pas non plus aux lécithines.

Il convient de noter que l'indice de peroxyde est un paramètre dynamique dont la valeur dépend de l'historique de l'échantillon. En outre, la détermination de l'indice de peroxyde est un mode opératoire très empirique et l'indice obtenu dépend de la masse de l'échantillon. Il faut remarquer que, du fait de la masse d'échantillon prescrite, les indices de peroxyde obtenus peuvent être légèrement inférieurs à ceux obtenus avec des masses d'échantillon plus faibles.

NOTE 1 Une méthode préférable pour la détermination iodométrique de l'indice de peroxyde pour les matières grasses présentes dans le lait est spécifiée dans l'ISO 3976.

NOTE 2 Une méthode de détermination potentiométrique de l'indice de peroxyde est donnée dans l'ISO 27107.

2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 661, *Corps gras d'origines animale et végétale — Préparation de l'échantillon pour essai*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, le terme et la définition suivants s'appliquent.

3.1

indice de peroxyde

IP

quantité de substances de l'échantillon, exprimée en termes d'oxygène actif, qui oxydent l'iodure de potassium dans les conditions spécifiées dans la présente Norme internationale

NOTE L'indice de peroxyde est généralement exprimé en milliéquivalents (még) d'oxygène actif par kilogramme d'huile, mais il peut également être exprimé (en unités SI) en millimoles (mmol) d'oxygène actif par kilogramme d'huile. La valeur en mmol d'oxygène actif par kilogramme représente la moitié de la valeur exprimée en még d'oxygène actif par

kilogramme. L'indice de peroxyde (még d'oxygène actif par kilogramme) multiplié par la masse équivalente d'oxygène (égale à 8) est égal à la quantité d'oxygène actif exprimée en milligrammes par kilogramme d'huile.

4 Principe

Dissoudre l'échantillon d'essai dans de l'iso-octane et de l'acide acétique glacial, puis ajouter l'iodure de potassium. Déterminer visuellement l'iode libéré par les peroxydes, à l'aide d'un indicateur à l'amidon et d'une solution étalon de thiosulfate de sodium. Déterminer visuellement la fin du titrage.

5 Réactifs

AVERTISSEMENT — L'attention est appelée sur les réglementations nationales traitant de la manipulation des substances dangereuses ainsi que sur les obligations y afférentes de l'utilisateur. Des mesures de sécurité technique, organisationnelle et personnelle doivent être suivies.

Sauf indication contraire, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue. Tous les réactifs doivent être exempts d'oxygène dissous.

5.1 Eau, déminéralisée, bouillie et refroidie à 20 °C.

5.2 Acide acétique glacial, fraction massique de 100 %, dégazé dans une cuve à ultrasons sous vide ou purgé sous courant de gaz inerte pur et sec (dioxyde de carbone ou azote).

5.3 Iso-octane, dégazé dans une cuve à ultrasons sous vide ou purgé sous courant de gaz inerte pur et sec (dioxyde de carbone ou azote).

5.4 Mélange d'acide acétique glacial/iso-octane, préparé en mélangeant 60 ml d'acide acétique glacial et 40 ml d'iso-octane (fraction volumique d'acide acétique glacial: $\varphi = 60$ ml/100 ml, fraction volumique d'iso-octane: $\varphi = 40$ ml/100 ml).

Le mélange est dégazé dans une cuve à ultrasons sous vide ou purgé sous courant de gaz inerte pur et sec (dioxyde de carbone ou azote).

5.5 Iodure de potassium, exempt d'iode et d'iodates.

5.6 Solution d'iodure de potassium saturée, concentration massique $\rho = 175$ g/100 ml. Dissoudre environ 14 g d'iodure de potassium dans environ 8 g d'eau récemment portée à ébullition et revenue à température ambiante.

Veiller à maintenir la solution à l'état saturé (cristaux non dissous). La conserver à l'abri de la lumière et en préparer une nouvelle chaque jour. Contrôler la solution par l'essai suivant: ajouter deux gouttes de solution d'amidon à 0,5 ml d'iodure de potassium dans 30 ml de solution d'acide acétique glacial/iso-octane. Si la formation d'une couleur bleue nécessite plus d'une goutte de solution étalon de thiosulfate de sodium 0,1 mol/l, éliminer la solution d'iodure de potassium.

5.7 Solution étalon de thiosulfate de sodium 0,1 N, $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1$ mol/l.

Pour la préparation de cette solution, utiliser uniquement de l'eau récemment portée à ébullition, si possible purgée avec de l'azote. Cette solution peut être utilisée pendant un mois et conservée dans un flacon en verre ambré.

5.8 Solution étalon de thiosulfate de sodium 0,01 N, $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,01$ mol/l (voir 9.2).

Il est nécessaire de préparer fraîchement cette solution à partir de la solution étalon à 0,1 mol/l de thiosulfate de sodium préparée précédemment, ou bien d'en déterminer le titre tous les jours. L'expérience montre que la

stabilité est limitée et dépend de la valeur du pH et de la teneur en dioxyde de carbone libre. Utiliser uniquement de l'eau récemment portée à ébullition, si possible purgée avec de l'azote.

5.9 Solution d'amidon, concentration massique $\rho = 1$ g/100 ml. Mélanger 0,5 g d'amidon dans une petite quantité d'eau froide. Ajouter ensuite ce mélange à 50 ml d'eau bouillante tout en remuant, laisser bouillir quelques secondes, puis laisser immédiatement refroidir.

Une nouvelle solution doit être préparée chaque jour.

Il est recommandé d'utiliser de l'amidon de pomme de terre pour la iodométrie, étant donné que cet amidon permet d'obtenir un bleu plus foncé. Des réactifs équivalents peuvent être utilisés.

5.10 Étalon d'iodure de potassium (KIO₃), matériel de référence secondaire, répertorié par le NIST (National Institute of Standards and Technology), situé à Gaithersburg, Maryland, États-Unis.

5.11 Acide chlorhydrique, $c(\text{HCl}) = 4$ mol/l

6 Appareillage

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

6.1 Erlenmeyer, de 250 ml, à col rodé et muni d'un bouchon en verre rodé.

6.2 Burette, d'une capacité de 10 ml ou 25 ml, graduée au moins tous les 0,05 ml, dotée de préférence d'un système de mise à zéro automatique.

6.3 Unité de dosage manuel ou automatique, de 20 ml de capacité, avec une résolution d'au moins 10 μl et une précision de $\pm 0,15$ % (par exemple une burette à piston).

6.4 Pipettes, de 0,5 ml, 1 ml, 10 ml et 100 ml (ou pipettes automatiques).

6.5 Éprouvettes graduées, de 50 ml et 100 ml.

6.6 Balance analytique, lecture à 0,001 g près.

6.7 Agitateur magnétique, doté d'un barreau aimanté (de 2,5 cm) et d'une plaque chauffante.

6.8 Fiole jaugée, de 1 000 ml.

6.9 Fiole jaugée, de 250 ml.

6.10 Fiole jaugée, de 500 ml.

6.11 Four à micro-ondes.

Il est possible d'utiliser un four à micro-ondes pour faire fondre rapidement et facilement les échantillons solides. L'utilisation d'un four à micro-ondes n'entraînera pas d'augmentation de l'indice de peroxyde, s'il est utilisé avec précaution et de manière appropriée. Les conditions adaptées doivent être vérifiées par des essais préalables.

7 Échantillonnage

Il convient qu'un échantillon représentatif ait été envoyé au laboratoire. Il convient qu'il n'ait été ni endommagé ni modifié lors du transport ou de l'entreposage.

L'échantillonnage ne fait pas partie de la présente méthode. Une méthode d'échantillonnage recommandée est donnée dans l'ISO 5555.

8 Préparation de l'échantillon pour essai

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

La prise d'essai destinée à la détermination de l'indice de peroxyde doit être prélevée en priorité et l'indice de peroxyde doit être déterminé immédiatement.

Homogénéiser l'échantillon, de préférence sans chauffage et à l'abri de l'air. Éviter tout rayonnement solaire direct. Chauffer avec précaution les échantillons solides à 10 °C au-dessus de leur point de fusion. Les échantillons ayant des impuretés visibles doivent être filtrés; la filtration doit être notée dans le rapport d'essai.

Pour certains produits, la quantité extraite de corps gras ou d'huile peut être inférieure à 5 g ou l'indice de peroxyde du corps gras supérieur à 30 méq d'oxygène actif par kilogramme. Dans ces cas-là, il convient que l'utilisateur choisisse une prise d'essai plus faible [voir Article 12 f)].

9 Mode opératoire

9.1 Généralités

Suivre toutes les étapes à la lumière du jour diffuse ou à la lumière artificielle. Éviter toute exposition directe aux rayons du soleil. Veiller à ce que tous les récipients soient exempts de composés oxydants ou réducteurs.

Conserver les solutions étalons de thiosulfate de sodium dans des flacons en verre ambré.

9.2 Préparation et détermination du titre de la solution étalon de thiosulfate de sodium 0,01 N

9.2.1 Préparation de la solution étalon de thiosulfate de sodium 0,01 N

À l'aide d'une pipette (6.4), transvaser 100 ml de la solution étalon de thiosulfate de sodium 0,1 N (5.7) dans une fiole jaugée de 1 000 ml (6.8). Compléter au trait de jauge avec de l'eau récemment portée à ébullition (5.1). Après homogénéisation, transvaser la solution étalon de thiosulfate de sodium 0,01 N obtenue dans un flacon en verre ambré.

Chaque jour, préparer fraîchement la solution étalon de thiosulfate de sodium 0,01 N à partir de la solution étalon de thiosulfate de sodium 0,1 N préparée précédemment, ou bien déterminer le titre. L'expérience montre que la stabilité est limitée et dépend de la valeur du pH et de la teneur en dioxyde de carbone libre. Utiliser uniquement de l'eau récemment portée à ébullition, si possible purgée avec de l'azote.

9.2.2 Détermination du titre de la solution étalon de thiosulfate de sodium 0,01 N (détermination du facteur)

Peser, à 0,001 mg près, 0,27 g à 0,33 g d'iodate de potassium (KIO_3) dans une fiole jaugée (250 ml ou 500 ml) (6.9 ou 6.10), puis remplir au trait de jauge avec de l'eau (5.1) récemment portée à ébullition, puis refroidie à température ambiante.

À l'aide d'une pipette (6.4), transférer 5 ml ou 10 ml de cette solution d'iodate de potassium dans un erlenmeyer de 250 ml (6.1). Ajouter 60 ml d'eau récemment portée à ébullition, 5 ml d'HCl 4 mol/l (5.11) et 25 mg à 50 mg d'iodure de potassium (5.5) ou 0,5 ml de la solution saturée d'iodure de potassium (5.6).

Titrer cette solution en utilisant la méthode iodométrique (visuelle) afin de déterminer le facteur de la solution étalon de thiosulfate de sodium 0,01 N (voir 9.2.1).

Calculer la concentration exacte, c_{stand} , de la solution étalon de thiosulfate de sodium 0,01 N à l'aide de l'équation suivante:

$$c_{\text{stand}} = \frac{m_{\text{KIO}_3} \times V_1 \times 6 \times 1\,000 \times \rho_{\text{KIO}_3}}{M_{\text{KIO}_3} \times V_2 \times V_3 \times c_{\text{thio}} \times 100}$$

où

m_{KIO_3} est la masse d'iodate de potassium, en grammes;

6 est la masse équivalente du titre (1 mol $\text{KIO}_3 = 3$ mol I_2);

V_1 est le volume de la solution d'iodate de potassium utilisé pour la détermination du titre (5 ml ou 10 ml);

V_2 est le volume total de la solution d'iodate de potassium, en millilitres (250 ml ou 500 ml);

V_3 est le volume de la solution étalon de thiosulfate de sodium 0,01 N utilisé pour la détermination, en millilitres;

ρ_{KIO_3} est la concentration massique de l'iodate de potassium, en grammes pour 100 g;

M_{KIO_3} est la masse moléculaire de l'iodate de potassium (214 g/mol);

c_{thio} est la concentration de la solution étalon de thiosulfate de sodium 0,01 N, en moles par litre (= 0,01).

9.3 Détermination de l'indice de peroxyde

9.3.1 Purger l'erlenmeyer (6.1) préalablement nettoyée avec soin sous courant d'azote ou de dioxyde de carbone. Y peser à 1 mg près:

- une prise d'essai de $5,0 \text{ g} \pm 0,1 \text{ g}$ pour des indices de peroxyde attendus entre > 1 et 30; ou
- une prise d'essai de $10,0 \text{ g} \pm 0,1 \text{ g}$ pour des indices de peroxyde attendus entre 0 et 1.

Avant utilisation, rincer l'erlenmeyer avec la solution d'acide acétique glacial/iso-octane (5.4) pour qu'il ne contienne plus aucune substance oxydante ou réductrice.

9.3.2 Dissoudre la prise d'essai dans 50 ml de la solution d'acide acétique glacial/iso-octane en remuant doucement.

Pour les matières grasses de points de fusion élevés (graisses solides et animales), ajouter avec soin 20 ml d'iso-octane (5.3) à la graisse fondue en remuant doucement, puis ajouter immédiatement 30 ml d'acide acétique glacial (5.2). Chauffer également l'échantillon après dilution si nécessaire.

9.3.3 Ajouter 0,5 ml de la solution saturée d'iodure de potassium (5.6), boucher l'erlenmeyer puis mélanger à l'aide d'un agitateur magnétique (6.7) en évitant qu'un tourbillon trop important ne se forme, ou bien manuellement sans entrée d'air, pendant exactement 60 s (utiliser un chronomètre précis à ± 1 s).

9.3.4 Ouvrir la fiole conique, ajouter immédiatement 100 ml d'eau déminéralisée, rincer le bouchon en verre rodé et agiter.

9.3.5 Titrer immédiatement l'iode libéré avec la solution étalon de thiosulfate de sodium 0,01 N (5.8) pour passer de la couleur jaune orangée à jaune pâle, ajouter alors 0,5 ml de la solution d'amidon (5.9), poursuivre le titrage pour passer du violet à l'incolore. Arrêter le titrage dès que la solution est incolore pendant 30 s.