

---

# Norme internationale



# 150

---

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION • МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ • ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

---

## Huiles de lin brutes, raffinées et cuites, pour peintures et vernis — Spécifications et méthodes d'essai

*Raw, refined and boiled linseed oil for paints and varnishes — Specifications and methods of test*

Première édition — 1980-08-01

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

[ISO 150:1980](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8c0444c9-e0a8-4de5-a322-b1af10bbe8c1/iso-150-1980)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8c0444c9-e0a8-4de5-a322-b1af10bbe8c1/iso-150-1980>

---

CDU 667.6 : 665.345.4

Réf. n° : ISO 150-1980 (F)

**Descripteurs** : huile de lin, peinture, vernis, spécification, propriété physique, propriété chimique, essai, mesurage de densité, réfringence, analyse chimique, impureté.

## 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 confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique correspondant. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO, participent également aux travaux.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes internationales par le Conseil de l'ISO.

La Norme internationale ISO 150 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 35, *Peintures et vernis*, et a été soumise aux comités membres en juillet 1978.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

Afrique du Sud, Rép. d'	Israël	Royaume-Uni
Allemagne, R. F.	Italie	Suède
Australie	Kenya	Suisse
Brésil	Mexique	Tchécoslovaquie
Corée, Rép. de	Norvège	URSS
Égypte, Rép. arabe d'	Pays-Bas	Yougoslavie
France	Pologne	
Inde	Roumanie	

Le comité membre du pays suivant l'a désapprouvée pour des raisons techniques :

Canada

Cette Norme internationale annule et remplace la Recommandation ISO/R 150-1960, dont elle constitue une révision technique.

# Huiles de lin brutes, raffinées et cuites, pour peintures et vernis — Spécifications et méthodes d'essai

## 1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie les caractéristiques et les méthodes d'essai correspondantes des huiles de lin brutes, raffinées et cuites, pour peintures et vernis.

## 2 Références

ISO 835, *Verrerie de laboratoire — Pipettes graduées.*

ISO 842, *Matières premières pour peintures et vernis — Échantillonnage.*

ISO 1517, *Peintures et vernis — Détermination de la durée de séchage en surface — Méthode aux billes en verre.*

ISO 1773, *Verrerie de laboratoire — Fioles coniques et ballons (à col étroit).*

ISO 3681, *Liants pour peintures — Détermination de l'indice de saponification — Méthode titrimétrique.*

ISO 3682, *Liants pour peintures — Détermination de l'indice d'acide — Méthode titrimétrique.*

ISO 3838, *Pétrole brut et produits pétroliers ou solides — Détermination de la masse volumique ou de la densité relative — Méthode du pycnomètre à bouchon capillaire.*

ISO 3961, *Corps gras d'origines animale et végétale — Détermination de l'indice d'iode.*

ISO 4630, *Liants pour peintures et vernis — Estimation de la couleur des liquides non opaques à l'aide de l'échelle de couleur Gardner.*

ISO 4793, *Filtres frittés de laboratoire — Échelle de porosité, classification et désignation.*

ISO 5661, *Produits pétroliers — Hydrocarbures liquides — Détermination de l'indice de réfraction, de la dispersion et de la dispersion spécifique.*

## 3 Définitions

**3.1 huile de lin brute** : Huile obtenue uniquement à partir de graines de lin mûres (*Linum usitatissimum* L.)

**3.2 huile de lin raffinée à l'acide** : Huile obtenue par raffinage de l'huile de lin brute (3.1) avec de l'acide.

**3.3 huile de lin raffinée aux alcalis** : Huile obtenue par raffinage de l'huile de lin brute (3.1) avec une solution d'hydroxyde de sodium ou une autre solution alcaline.

**3.4 huile de lin cuite** : Huile de lin obtenue par l'incorporation de siccatifs dans l'huile de lin brute (3.1) ou raffinée (3.2 et 3.3) et par chauffage avec ou sans souffle d'air ou d'oxygène.

**3.5 «cassure»** : Séparation des matières mucilagineuses (insolubles) qui se produit lors du chauffage de certaines huiles végétales non raffinées. Lorsque la séparation se produit, l'huile est dite «cassée». Les matières insolubles sont également dénommées «cassures».

## 4 Caractéristiques requises et leurs tolérances

Les huiles de lin brutes, raffinées et cuites doivent avoir les caractéristiques énumérées dans le tableau 1.

## 5 Échantillonnage

Prélever un échantillon représentatif de l'huile à essayer, conformément aux spécifications de l'ISO 842.

Tableau 1 – Caractéristiques requises et leurs tolérances

Caractéristique	Spécifications				Méthode d'essai
	Huile de lin brute	Huile de lin raffinée à l'alcali	Huile de lin raffinée à l'acide	Huile de lin cuite	
Masse volumique à 23 °C <sup>1)</sup> $\rho_{23}$ , g/ml	0,924 à 0,931	0,924 à 0,931	0,924 à 0,931	0,926 à 0,948	Chapitre 6 et ISO 3838
Couleur (Gardner) <sup>2)</sup> , max.	13	6	6	Doit faire l'objet d'un accord entre acheteur et vendeur	ISO 4630
Couleur (Gardner) <sup>2)</sup> après chauffage, max.	—	4 <sup>3)</sup>	—	—	Chapitre 18
Limpidité	Exempte de sédiments <sup>4)</sup> à 65 °C	Exempte de sédiments <sup>4)</sup> de 15 à 20 °C	Exempte de sédiments <sup>4)</sup> de 15 à 20 °C	Exempte de sédiments <sup>4)</sup> de 15 à 20 °C	Chapitre 8
Indice de réfraction à 23 °C <sup>1)</sup> , $n_D^{23}$	1,478 0 à 1,483 0	1,478 0 à 1,483 0	1,478 0 à 1,483 0	—	Chapitre 7 et ISO 5661
Matières volatiles, % (m/m) max.	0,20	0,10	0,10	0,30	Chapitre 9
Cendres <sup>5)</sup> , % (m/m) max.	0,15	0,02	0,02	0,50	Chapitre 10
Indice d'acide, max.	4	0,50 <sup>6)</sup>	9 <sup>5)</sup>	8 <sup>5)</sup>	ISO 3682
Indice de saponification	188 à 195	188 à 195	188 à 195	188 à 200	ISO 3681
Matières insaponifiables, % (m/m) max.	1,5	1,5	1,5	2,0	Annexe
Indice d'iode (méthode de Wijs) <sup>7)</sup> , min.	175	175	175	—	ISO 3961
Mucilages <sup>8)</sup> , % (V/V) max.	1,0	—	Nul	—	Chapitre 11
Essai à l'acide phosphorique (indice PAT) <sup>8)</sup> , % (m/m) max.	0,25	—	—	—	Chapitre 12
Temps de séchage, max.	—	—	—	24 h à 15 à 20 °C ou 15 h à 25 à 30 °C	ISO 1517 et chapitre 13
Colophane	Résultat négatif	Résultat négatif	Résultat négatif	Résultat négatif	Chapitre 14
Huile de poisson	Résultat négatif	Résultat négatif	Résultat négatif	Résultat négatif	Chapitre 15
Acide minéral	—	—	Résultat négatif	—	Chapitre 16
Cassure	—	Non visible	—	—	Chapitre 17

1) La température d'essai doit être de 23 °C, à moins qu'une autre température ne soit agréée ou spécifiée; par exemple 20 °C, 25 °C, ou 27 °C pour les pays tropicaux.

2) Par accord entre les parties intéressées, le système de couleurs Lovibond peut être substitué au système Gardner, les limites suivantes étant recommandées :

Brute	70J 6R	(cellule 25 mm)
Raffinée à l'alcali	15J 1,5R	(cellule 25 mm)
Raffinée à l'alcali, après chauffage	20J 2,0R	(cellule 133 mm)
Raffinée à l'acide	20J 1,5R	(cellule 25 mm)

3) Si l'indice d'acide d'huile neutre a été augmenté par l'addition d'acides gras, la spécification pour la couleur après chauffage doit alors être agréée entre les parties intéressées, puisque les limites pour l'huile neutre ne sont pas nécessairement applicables.

4) Des spécifications plus sévères peuvent être agréées entre les parties intéressées. Voir également chapitre 11.

5) Ou à agréer entre les parties intéressées.

6) Pour des utilisations particulières, l'huile raffinée à l'alcali peut présenter un indice d'acide de valeurs limites différentes. Dans ce cas, la valeur doit être agréée entre les parties intéressées.

7) L'huile de lin brute ou raffinée ayant un indice d'iode supérieur à 190 doit être désignée comme suit : «huile de lin à indice d'iode élevé». La méthode de Hanus, parfois utilisée pour cet essai, donne des résultats différents de la méthode de Wijs; si, par accord entre les parties intéressées, cette méthode est utilisée, il est essentiel de fixer au préalable les limites de spécification.

8) Par accord entre les parties intéressées, l'un de ces essais peut ne pas être effectué.

## Méthodes d'essai

Au cours des analyses, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

### 6 Masse volumique

Déterminer la masse volumique à 23 °C ou à une autre température agréée selon la méthode spécifiée dans l'ISO 3838. (Voir note 1 au bas du tableau 1.)

### 7 Indice de réfraction

Déterminer l'indice de réfraction à 23 °C ou à une autre température agréée selon la méthode spécifiée dans l'ISO 5661. (Voir note 1 au bas du tableau 1.)

### 8 Limpidité

#### 8.1 Huile brute

Chauffer à 65 °C une prise d'essai bien mélangée et l'examiner pour détecter la présence d'impuretés insolubles.

#### 8.2 Huiles raffinée à l'alcali, raffinée à l'acide et cuite

Conservé une prise d'essai bien mélangée à une température de 15 à 20 °C durant 24 h et, ensuite, l'examiner pour détecter la présence de sédiments et d'autres matières insolubles.

### 9 Matières volatiles

#### 9.1 Mode opératoire

Peser, à 1 mg près, environ 10 g de l'échantillon dans une fiole conique tarée, de 250 ml, conforme à l'ISO 1773. Chauffer la fiole durant 30 min dans un bain chauffant à une température de 105 à 110 °C, en faisant passer, sur la surface de l'huile, un courant de gaz inerte sec à un débit de 10 l/h. Retirer la fiole du bain, la refroidir jusqu'à la température ambiante, la nettoyer et la peser à 1 mg près.

#### 9.2 Expression des résultats

Les matières volatiles, exprimées en pourcentage en masse, sont données par la formule

$$\frac{m_0 - m_1}{m_0} \times 100$$

où

$m_0$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai initiale;

$m_1$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai après chauffage.

### 10 Cendres

#### 10.1 Appareillage

**10.1.1 Creuset**, en porcelaine ou en silice vitreuse (voir la note), de 50 ml de capacité.

NOTE — Le platine n'est pas recommandé pour les huiles cuites, le plomb provenant des siccatifs pouvant se combiner au platine.

**10.1.2 Four à moufle électrique**, réglable à  $600 \pm 50$  °C.

**10.1.3 Dessiccateur**, garni d'un agent déshydratant efficace.

Le sulfate de calcium anhydre, le chlorure de calcium anhydre et le gel de silice sont satisfaisants.

#### 10.2 Mode opératoire

Chauffer le creuset (10.1.1) dans le four à moufle (10.1.2) à  $600 \pm 50$  °C. Retirer le creuset du four, le refroidir légèrement, le placer dans le dessiccateur (10.1.3) et l'y laisser refroidir durant 1 h, et le peser à 0,1 mg près. Peser, à 10 mg près, environ 10 g de l'échantillon bien mélangé, dans le creuset ainsi taré. Disposer le creuset rempli sur un triangle. Chauffer doucement, en déplaçant une flamme sur le fond et la paroi du creuset, jusqu'à l'inflammation de l'huile.

Réduire la flamme jusqu'à ce que la chaleur soit juste suffisante pour maintenir la combustion de la prise d'essai. Poursuivre le chauffage de la prise d'essai jusqu'à l'obtention d'un dépôt carbonisé noir, et introduire le creuset dans le four. Chauffer à  $600 \pm 50$  °C durant 1 h. Retirer le creuset du four, le refroidir légèrement, le placer dans le dessiccateur et l'y laisser refroidir jusqu'à la température ambiante; peser à 0,1 mg près et répéter les opérations précédentes jusqu'à ce que la différence entre les résultats de deux pesées successives soit inférieure à 1 mg.

#### 10.3 Expression des résultats

Les cendres, exprimées en pourcentage en masse, sont données par la formule

$$\frac{m_1}{m_0} \times 100$$

où

$m_0$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai;

$m_1$  est la masse, en grammes, du résidu.

**11 Mucilages** (exclusivement pour les huiles de lin brute et raffinée à l'acide)

**11.1 Définition**

Dans le cadre de la présente Norme internationale, la définition suivante est applicable :

**mucilages** : Produit déposé à partir de l'huile, après 4 jours dans les conditions d'essai spécifiées.

NOTE — Le terme «mucilages» (en anglais «foots») était utilisé à l'origine pour décrire celles des impuretés de l'huile de lin brute qui précipitent pendant le stockage et, par la suite, se déposent au fond ou «pied» du réservoir de stockage.

**11.2 Appareillage**

**Tube à sédimentation**, piriforme ou conique (voir figures 1 et 2).

**11.3 Mode opératoire**

Introduire 100 ml de l'huile dans le tube à sédimentation (11.2) et laisser celui-ci dans une position verticale durant 4 jours (96 h), à une température comprise entre 15 et 20 °C. Prendre soin de ne pas toucher au tube durant ce laps de temps. Au bout des 4 jours (96 h), déterminer le volume de produit sédimenté ou de mucilages par simple lecture sur le tube.

**11.4 Expression des résultats**

Exprimer la valeur des mucilages en pourcentage en volume.

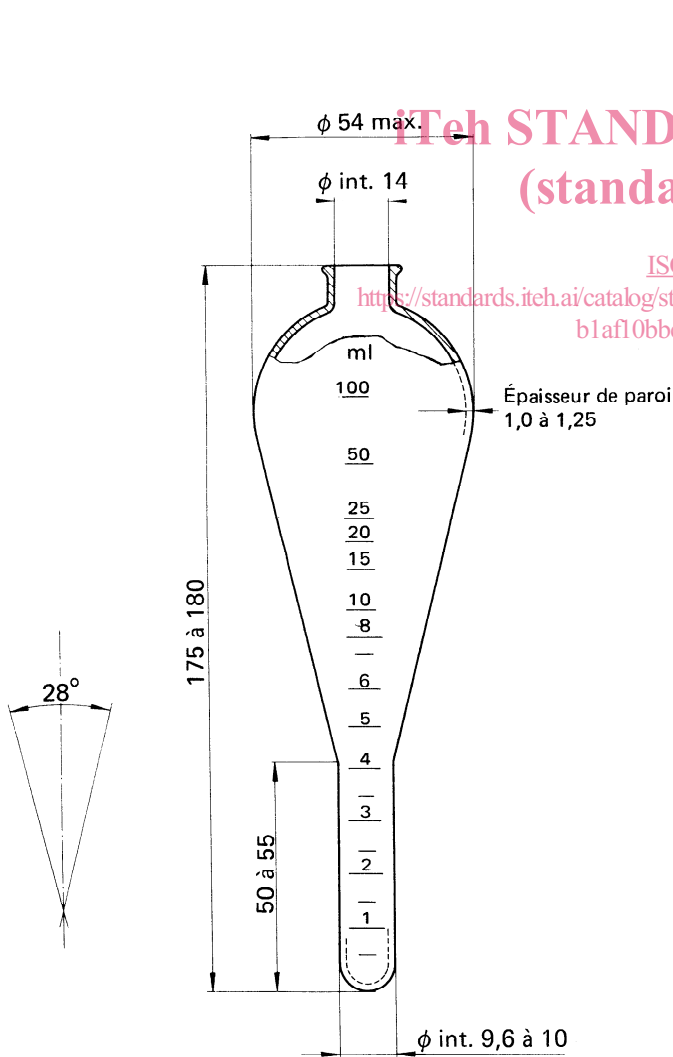


Figure 1 — Tube à sédimentation piriforme

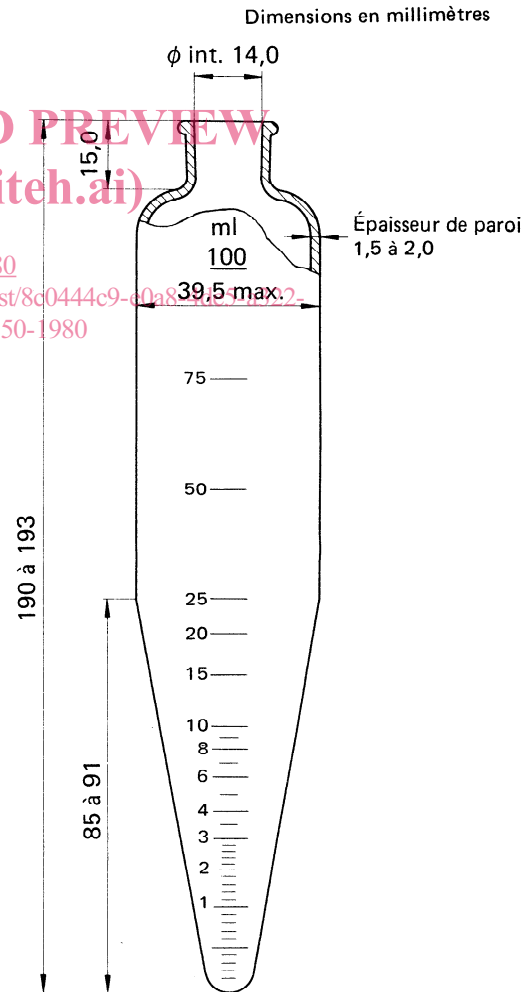


Figure 2 — Tube à sédimentation conique

## 12 Essai à l'acide phosphorique — Indice PAT (exclusivement pour l'huile de lin brute)

### 12.1 Principe

Mélange intime d'une prise d'essai avec de l'acide orthophosphorique à 85 % (*m/m*). Séparation du précipité obtenu par centrifugation, déshuilage avec de l'acétone, séchage et pesée. Notation du pourcentage en masse comme étant l'indice PAT.

### 12.2 Réactifs

**12.2.1 Acide orthophosphorique**, à 85 % (*m/m*),  
 $\rho = 1,7$  g/ml.

**12.2.2 Acétone.**

**12.2.3 Adjuvant de filtration**, du type diatomées.

### 12.3 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

**12.3.1 Creusets filtrants**, à plaque en verre fritté de porosité P 16 (diamètre des pores compris entre 10 et 16  $\mu\text{m}$  selon l'ISO 4793), de 30 ml de capacité.

Les creusets doivent être nettoyés périodiquement avec une solution de lavage. Il est bon d'essayer la vitesse de filtration de chaque creuset avec de l'acétone pure et d'écarter ceux qui ne peuvent pas être nettoyés pour donner des vitesses de filtration satisfaisantes.

**12.3.2 Agitateurs**, constitués d'une tige horizontale convenablement maintenue et qui supporte un système d'agrafage pour maintenir les tubes à centrifuger piriformes.

Les tubes sont maintenus de manière que, lorsque la tige tourne, ils basculent et le contenu liquide s'écoule d'une extrémité du tube à l'autre, et se mélange. La tige tourne mécaniquement par tout moyen qui laisse le choix de deux fréquences de rotation fixées, une fréquence lente de  $16 \pm 2$  r/min et une fréquence rapide de  $32 \pm 2$  r/min.

**12.3.3 Tubes à centrifuger**, de 100 ml de capacité, piriformes comme le montre la figure 3 et munis d'un bouchon.

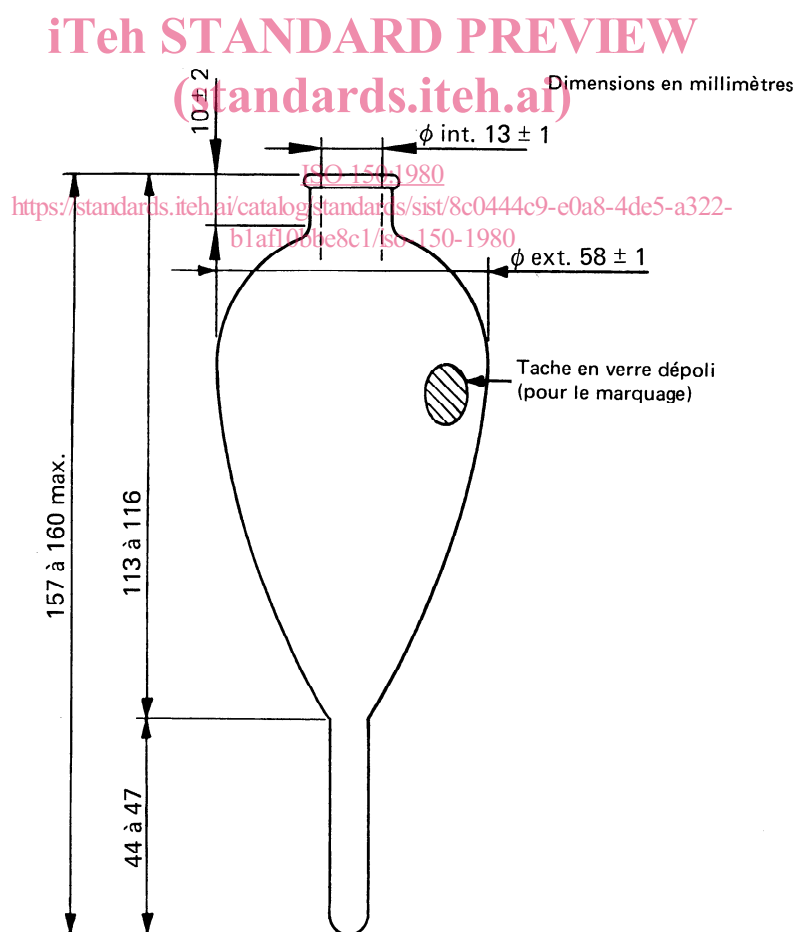


Figure 3 — Tube à centrifuger piriforme

**12.3.4 Centrifugeuse**, pouvant contenir deux ou plusieurs tubes.

Il doit être possible de régler la fréquence de rotation de la centrifugeuse de manière à obtenir une accélération centrifuge relative de  $500 g_n$  à  $800 g_n$  à l'extrémité du tube (voir tableau 2), où  $g_n$  est la valeur conventionnelle de l'accélération due à la pesanteur.

**Tableau 2 — Fréquences de rotation applicables à des centrifugeuses de diamètres de rotation variés<sup>1)</sup>**

Diamètre de rotation	Fréquence de rotation correspondant à une accélération centrifuge relative de $500 g_n$	Fréquence de rotation correspondant à une accélération centrifuge relative de $800 g_n$
mm	r/min	r/min
300	1 727	2 184
320	1 672	2 115
340	1 622	2 052
360	1 576	1 994
380	1 534	1 941
400	1 496	1 892
420	1 460	1 846
440	1 426	1 804
460	1 395	1 764
480	1 365	1 727
500	1 338	1 692

1) La fréquence de rotation est donnée par la formule

$$n = 1\,346 \sqrt{\frac{c}{d}}$$

où

$c$  est l'accélération centrifuge relative, exprimée comme un multiple de la valeur conventionnelle de l'accélération due à la pesanteur,  $g_n$ ;

$d$  est le diamètre de rotation, en millimètres;

$n$  est la fréquence de rotation, en tours par minute.

**12.3.5 Pipette**, de 1 ml de capacité, graduée en 0,01 ml, conforme à l'ISO 835.

**12.3.6 Dessiccateur**, garni d'un agent déshydratant efficace.

Le sulfate de calcium anhydre, le chlorure de calcium anhydre et le gel de silice sont satisfaisants.

**12.4 Préparation de l'échantillon**

Laisser l'échantillon atteindre la température ambiante ( $23 \pm 2$  °C) et l'agiter ou le mélanger soigneusement pour s'assurer que tous les sédiments sont bien dispersés. Si la teneur en matières volatiles de l'échantillon est supérieure à 0,25 % (m/m), sécher l'échantillon par chauffage à 100 °C sous vide, ou en faisant barboter du dioxyde de carbone sec ou de l'azote à  $100 \pm 5$  °C durant 30 min. Refroidir l'échantillon à  $23 \pm 2$  °C.

**12.5 Mode opératoire**

**12.5.1 Peser**, dans un tube à centrifuger (12.3.3),  $50 \pm 0,01$  g de l'échantillon préparé, puis ajouter, à l'aide de la pipette (12.3.5),  $0,5 \pm 0,05$  ml de l'acide orthophosphorique (12.2.1).

Boucher le tube et l'incliner de manière que l'acide s'écoule dans l'huile. Agiter vigoureusement le tube durant quelques secondes. Incliner de nouveau le tube et l'agiter encore deux fois.

**12.5.2** Placer le tube sur un agitateur (12.3.2) et mélanger durant 5 min à une fréquence de rotation telle que tout l'acide soit dispersé dans l'huile et que l'extrémité du tube se vide d'huile à chaque révolution (une fréquence de rotation de 16 r/min convient). Ajuster la fréquence de rotation de l'agitateur de manière à obtenir un mélange intime sans séparation (32 r/min sont satisfaisants). Mélanger à cette fréquence durant 25 min.

Placer le tube dans la centrifugeuse (12.3.4) et la faire tourner durant 1 h avec une accélération centrifuge relative d'au moins  $500 g_n$  à l'extrémité, ou jusqu'à ce que le dépôt reste au fond du tube comme une masse compacte lorsque le tube est renversé. La température doit être maintenue à environ  $23 \pm 2$  °C. Cela peut être réalisé par l'admission d'air dans l'enceinte de la centrifugeuse.

**12.5.3** Décanter ou siphonner aussi complètement que possible l'huile surnageante dans un tube à centrifuger propre et le laisser suffisamment longtemps pour que l'huile s'écoule. Si la couche de sédiments est liquide, il faut prendre un très grand soin pour enlever l'huile sans troubler la couche. Un siphon modifié peut être utilisé à cette fin.

Ajouter 25 ml de l'acétone (12.2.2) au précipité dans le premier tube et mélanger jusqu'à ce que le produit visqueux soit dispersé. Utiliser un fil métallique pour enlever un tel produit de l'extrémité du tube si nécessaire, puis compléter à un volume de 100 ml avec de l'acétone et agiter le tube.

**12.5.4** Préparer les creusets filtrants (12.3.1) en ajoutant 0,3 à 0,6 g de l'adjuvant de filtration (12.2.3) dans les creusets vides. Avec de l'expérience, cette quantité peut être appréciée sur l'extrémité d'une spatule. Mélanger l'adjuvant de filtration avec environ 15 ml de l'acétone pour former une boue. Enlever l'acétone en mettant le filtre sous vide. Sécher les creusets dans une étuve à  $100 \pm 5$  °C durant 1 h. Laisser refroidir durant 1 h dans le dessiccateur (12.3.6) et peser à 0,1 mg près. S'assurer que la masse est constante. Conserver dans le dessiccateur les creusets ainsi préparés jusqu'à ce qu'ils soient utilisés.

**12.5.5** Filtrer la dispersion dans l'acétone du précipité sur un creuset filtrant préparé. Utiliser un vide modéré et garder toujours un peu d'acétone dans le creuset.

Laver soigneusement les tubes à centrifuger et le précipité dans le creuset avec quatre fois 15 ml de l'acétone en utilisant une pissette.

NOTE — Faire attention lorsque l'huile a tendance à remonter sur la paroi du creuset.



**12.5.6** Après le lavage, continuer d'appliquer le vide jusqu'à ce qu'il n'y ait plus d'acétone dans le creuset. Le sécher à  $100 \pm 5^\circ\text{C}$ , le laisser refroidir à la température ambiante dans le dessiccateur et le peser à 0,1 mg près.

Répéter toutes les opérations du mode opératoire pour l'huile surnageante obtenue par centrifugation (voir 12.5.3), de la même manière que pour l'huile originale. Peser tout nouveau sédiment obtenu comme précédemment.

## 12.6 Expression des résultats

### 12.6.1 Calcul

L'indice PAT, exprimé en pourcentage en masse, est donné par la formule

$$2 (m_1 + m_2)$$

où

$m_1$  est la masse, en grammes, de sédiment obtenu à partir de 50 g d'huile originale du premier traitement à l'acide phosphorique;

$m_2$  est la masse, en grammes, de sédiment obtenu à partir de l'huile surnageante du second traitement à l'acide phosphorique.

Noter les résultats avec deux décimales.

### 12.6.2 Répétabilité

La valeur absolue de la différence entre deux résultats individuels, obtenus par le même opérateur dans un court intervalle de temps, avec le même appareillage, dans des conditions opératoires constantes, sur un matériau d'essai identique, ne doit pas dépasser 0,03 % ( $m/m$ ), au niveau de confiance de 95 %.

## 13 Durée de séchage (exclusivement pour l'huile de lin cuite)

Déterminer la durée de séchage selon la méthode spécifiée dans l'ISO 1517, avec les modifications suivantes spécifiques aux huiles siccatives :

- a) Subjectile (ISO 1517, paragraphe 6.1)

Le panneau d'essai doit être une plaque de verre poli, nettoyée afin d'empêcher le glissement de l'huile à essayer. Cela peut être réalisé en lavant soigneusement le panneau avec un solvant convenable tel que le xylène, suivi de son élimination complète, ou avec une solution détergente anionique, puis en rinçant avec de l'eau distillée.

- b) Application sur le panneau (ISO 1517, paragraphe 6.2.)

Recouvrir le panneau d'essai en étalant de façon uniforme l'huile sur la surface entière avec un pinceau ou avec le doigt. L'huile en excès doit s'écouler lorsque le panneau est placé en position verticale.

## 14 Essai de Liebermann-Storch-Morawski pour la présence de colophane

Mélanger 3 à 5 gouttes de l'échantillon avec 3 ml d'anhydride acétique. Ajouter 1 goutte d'acide sulfurique à 65 % ( $m/m$ ),  $\rho = 1,54$  g/ml. La réaction pour la présence de colophane est considérée comme positive s'il apparaît une coloration violette fugitive, plus forte à son maximum d'intensité que la couleur d'une solution de permanganate de potassium,  $c(\text{KMnO}_4) = 0,0002$  mol/l.

## 15 Essai pour la présence d'huile de poisson

### 15.1 Principe

Saponification d'une prise d'essai et libération des acides gras.

Traitement des acides gras au brome. En cas de présence d'huile de poisson, les bromures résultant sont insolubles dans un mélange formé d'acide acétique et de chloroforme, alors que les bromures d'huiles végétales sont solubles.

### 15.2 Réactifs

**15.2.1 Acide acétique**, cristallisable.

**15.2.2 Acide nitrique**, solution à 252 g/l.

**15.2.3 Acide chlorhydrique**, solution à 37 g/l.

**15.2.4 Hydroxyde de potassium**, solution éthanolique à 56 g/l.

**15.2.5 Acide acétique/cristallisable chloroforme**, mélange en volumes égaux.

**15.2.6 Brome**.

**15.2.7 Éther de pétrole**, intervalle d'ébullition 40 à 60 °C.

**15.2.8 Oxyde diéthylique**,  $\rho$  0,712 g à 0,716 g/ml, laissant un résidu non volatil à 80 °C au plus égal à 0,001 % ( $m/m$ ).

### 15.3 Mode opératoire

Saponifier environ 5 g de l'échantillon, dans un ballon de 250 ml conforme à l'ISO 1773, avec 50 ml de la solution d'hydroxyde de potassium (15.2.4) en portant à l'ébullition et en maintenant celle-ci durant 1 h, en agitant de temps en temps. L'ébullition doit être effectuée sous un réfrigérant à reflux.

Retirer le ballon du réfrigérant et évaporer son contenu sur bain d'eau ou sur bain d'eau bouillante jusqu'à ce que le contenu devienne sirupeux.

Pour éliminer l'éthanol, ajouter 10 ml d'eau et évaporer de nouveau presque jusqu'à siccité.