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

*Animal and vegetable fats and oils — Determination of peroxide
value — Potentiometric end-point determination*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Full standard:
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/aa9e-4eff-a90b-99f0c089-a0ef/iso-27107-2008>



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/1a2bac43-aa9e-4eff-a90b-99f0c089a0ef/iso-27107-2008>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2008

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 27107 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits alimentaires*, sous-comité SC 11, *Corps gras d'origines animale et végétale*.

Introduction

Différentes méthodes de détermination des peroxydes des corps gras ont été développées depuis plusieurs années. Le principe général de la plupart de ces méthodes est la libération d'iode à partir d'iodure de potassium en milieu acide. La méthode selon Wheeler (Référence [6]) a été normalisée il y a plus de 50 ans par différents organismes de normalisation et est largement utilisée par les producteurs, les réceptionnaires et les laboratoires officiels afin de contrôler les produits. Les législations nationales et la législation internationale du secteur alimentaire (notamment le Codex Alimentarius) spécifient souvent les limites acceptables des indices de peroxyde. Des anomalies dans la reproductibilité des résultats ont permis d'observer de légères différences entre les méthodes normalisées. Les résultats dépendent de façon très significative de la quantité d'échantillon utilisée pour la détermination. Comme la détermination de l'indice de peroxyde (IP) est un mode opératoire très empirique, l'ISO/TC 34/SC 11 a décidé de fixer la masse des échantillons à 5 g pour un $IP > 1$, à 10 g pour un $IP \leq 1$, et de limiter les conditions d'application de la présente méthode aux corps gras d'origines animale et végétale dont l'indice de peroxyde est compris entre 0 mmol et 15 mmol d'oxygène actif par kilogramme. Il convient que les utilisateurs de la présente Norme internationale sachent que les résultats obtenus peuvent être légèrement inférieurs à ceux des précédentes normes.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
Full standard:
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1a2bac43-aa9e-4eff-a90b-99f0c089a0ef/iso-27107-2008>

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

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination avec point d'arrêt potentiométrique de l'indice de peroxyde des corps gras d'origines animale et végétale.

Cette méthode s'applique à tous les corps gras d'origines animale et végétale, aux acides gras et à leurs mélanges dont l'indice de peroxyde est compris entre 0 meq et 30 meq d'oxygène actif par kilogramme. Elle s'applique aussi aux margarines et aux pâtes à tartiner ayant une teneur en eau variable. La méthode ne s'applique ni aux matières grasses laitières ni aux lécithines.

NOTE Une méthode de détermination iodométrique (visuelle) de l'indice de peroxyde est donnée dans l'ISO 3960. Une méthode pour les matières grasses laitières est spécifiée dans l'ISO 3976.

2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. 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, les termes et définitions suivants s'appliquent.

3.1

indice de peroxyde

IP

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

NOTE L'indice de peroxyde est habituellement exprimé en milliéquivalents d'oxygène actif par kilogramme d'huile, mais il peut aussi être exprimé (en unités SI) en millimoles d'oxygène actif par kilogramme d'huile. L'indice exprimé en millimoles d'oxygène actif par kilogramme est égal à la moitié de la valeur exprimée en milliéquivalents d'oxygène actif par kilogramme. La multiplication de l'indice de peroxyde (milliéquivalents d'oxygène actif par kilogramme) par la masse équivalente de l'oxygène (égale à 8) donne la fraction massique d'oxygène actif, en milligrammes par kilogramme d'huile.

4 Principe

L'échantillon est dissous dans de l'iso-octane et de l'acide acétique glacial, et de l'iodure de potassium est ajouté. L'iode libéré par les peroxydes est déterminé par voie volumétrique, à l'aide d'une solution étalon de thiosulfate de sodium. Le point d'arrêt du titrage est déterminé selon une méthode électrochimique.

5 Réactifs

AVERTISSEMENT — L'attention du lecteur est attirée sur les règles nationales qui régissent la manipulation des substances dangereuses ainsi que sur les obligations des utilisateurs qui en découlent. Les mesures de sécurité sur les plans technique, organisationnel et personnel doivent être suivies.

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

5.1 Eau, distillée, bouillie puis refroidie à 20 °C.

5.2 Acide acétique glacial, fraction massique 100 %, dégazé dans un bain d'ultrasons sous vide ou bien par barbotage d'un courant de gaz inerte, pur et sec (dioxyde de carbone ou azote).

5.3 Iso-octane (2,2,4-triméthylpentane), dégazé dans un bain d'ultrasons sous vide ou bien par barbotage d'un courant de gaz inerte, pur et sec (dioxyde de carbone ou azote).

5.4 Solution d'acide acétique glacial et d'iso-octane, préparée en mélangeant 60 ml d'acide acétique glacial (5.2) et 40 ml d'iso-octane (5.3). Fraction volumique de l'acide acétique glacial: $\varphi = 60 \text{ ml}/100 \text{ ml}$; fraction volumique de l'iso-octane: $\varphi = 40 \text{ ml}/100 \text{ ml}$.

Le mélange est dégazé dans un bain d'ultrasons sous vide ou bien par barbotage d'un 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 $\rho(\text{KI}) = 175 \text{ g}/100 \text{ ml}$.

Dissoudre environ 14 g d'iodure de potassium dans environ 8 g d'eau (5.1) bouillie extemporanément et refroidie à température ambiante. S'assurer que la solution reste saturée (c'est-à-dire qu'il reste des cristaux non dissous dans le récipient). La conserver à l'abri de la lumière et la préparer extemporanément chaque jour. Procéder à une vérification de la façon suivante: ajouter deux gouttes d'empois d'amidon à 0,5 ml d'iodure de potassium dans 30 ml de solution d'acide acétique glacial et d'iso-octane (5.4). Si plus d'une goutte de solution étalon de thiosulfate de sodium (5.7) est nécessaire pour faire virer la solution au bleu, rejeter la solution d'iodure de potassium.

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

N'utiliser, pour la préparation de cette solution, que de l'eau (5.1) bouillie extemporanément, si possible purgée à l'aide d'azote. Cette solution peut être utilisée pendant un mois et doit être conservée dans une bouteille ambrée.

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

À l'aide d'une pipette (6.3), transvaser 100 ml de solution étalon de thiosulfate de sodium 0,1 N (5.7) dans une fiole jaugée de 1 000 ml de capacité (6.9). La remplir avec de l'eau (5.1) jusqu'au trait. Après l'homogénéisation, transvaser la solution étalon de thiosulfate de sodium 0,01 N obtenue dans une bouteille ambrée.

Préparer cette solution (0,01 N) extemporanément à partir de la solution à 0,1 N avant de l'utiliser ou déterminer le titre quotidiennement. Comme le montre l'expérience, la stabilité est limitée et dépend de la valeur du pH et de la teneur en dioxyde de carbone libre. N'utiliser pour la dilution que de l'eau (5.1) bouillie extemporanément, si possible purgée à l'aide d'azote.

5.9 Étalon volumétrique d'iodate(V) de potassium, matériau de référence secondaire, traçable au National Institute of Standards and Technology (NIST), Gaithersburg, MD, États-Unis.

5.10 Acide chlorhydrique, concentration de la substance $c(\text{HCl}) = 4 \text{ mol/l}$.

6 Appareillage

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

6.1 Titrateur automatique avec processeur, dispositif de dosage, agitateur et électrodes.

Si un autre matériel est utilisé, le mode opératoire doit être adapté en fonction de ce matériel. Le matériel doit permettre d'effectuer un titrage dynamique (rapide au démarrage, lent aux environs du point d'arrêt). Il est nécessaire de procéder à cette adaptation pour réduire la durée du titrage, même si le titrage ralentit aux environs du point d'arrêt.

6.2 Électrode platine combinée.

6.3 Pipettes, de 0,5 ml, 1 ml, 10 ml et 100 ml de capacité. On peut aussi utiliser des pipettes automatiques qui conviennent.

6.4 Éprouvettes graduées, de 50 ml et 100 ml de capacité.

6.5 Balance analytique, pouvant être lue à 0,001 g près.

6.6 Agitateur magnétique, avec un barreau d'agitation magnétique de 25 mm de longueur, et une plaque chauffante.

6.7 Fiole Erlenmeyer, de 250 ml de capacité.

6.8 Bécher, de 250 ml de capacité, et de forme haute.

6.9 Fiole jaugée, de 1 000 ml de capacité.

6.10 Fiole jaugée, de 250 ml de capacité.

6.11 Fiole jaugée, de 500 ml de capacité.

6.12 Four à micro-ondes.

6.13 Bouteilles ambrées, de 1 000 ml de capacité.

7 Échantillonnage

Il convient 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 donnée dans l'ISO 5555.

8 Préparation de l'échantillon pour essai

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

Homogénéiser l'échantillon, de préférence sans chauffage et sans aération. Éviter toute exposition directe au soleil. Chauffer avec soin les échantillons solides à 10 °C de plus que leur point de fusion, dans un four à micro-ondes. Les échantillons présentant des impuretés visibles doivent être filtrés; la filtration doit être indiquée dans le rapport d'essai.

Prélever en premier l'échantillon pour essai pour la détermination de l'indice de peroxyde, avant de prélever d'autres échantillons pour d'autres essais, et déterminer immédiatement l'indice de peroxyde.

9 Mode opératoire

9.1 Généralité

Effectuer chaque étape sous lumière du jour diffuse ou sous lumière artificielle. Éviter toute exposition à la lumière du soleil. S'assurer que tous les récipients sont exempts d'agents oxydants ou réducteurs.

Conserver les solutions étalons de thiosulfate de sodium dans des bouteilles ambrées.

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

Voir 5.8.

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, dans une fiole jaugée [250 ml (6.10) ou 500 ml (6.11)], 0,27 g à 0,33 g d'iodate de potassium(V), puis remplir jusqu'au trait avec de l'eau (5.1).

À l'aide d'une pipette (6.3), transvaser 5 ml ou 10 ml de cette solution d'iodate de potassium (V) dans un bécher de 250 ml (6.8). Ajouter 60 ml d'eau (5.1) bouillie extemporanément, 5 ml d'acide chlorhydrique (5.10) et 0,5 ml de solution d'iodure de potassium saturée (5.6).

Titre cette solution avec la solution étalon de thiosulfate de sodium 0,01 N, afin de déterminer le facteur de la solution étalon de thiosulfate de sodium 0,01 N.

Calculer le facteur, f , de la solution étalon de thiosulfate de sodium 0,01 N à l'aide de l'Équation (1):

$$f = \frac{m_{\text{KIO}_3} V_1 \times 6 \times 1000 w_{\text{KIO}_3}}{M_{\text{KIO}_3} V_2 V_3 c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \times 100} \quad (1)$$

où

$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$ est la concentration, en moles par litre, de solution étalon de thiosulfate de sodium (5.8);

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

M_{KIO_3} est la masse moléculaire relative de l'iodate(V) de potassium (214);

V_1 est le volume, en millilitres, de la solution d'iodate(V) de potassium, utilisée pour la titration (5 ml or 10 ml);

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

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

w_{KIO_3} est la pureté, exprimée en fraction massique en grammes par 100 g, d'iodate(V) de potassium;

6 est la masse équivalente pour le titre (1 mol $\text{KIO}_3 = 3 \text{ mol I}_2$).

9.3 Détermination de l'indice de peroxyde

9.3.1 Après l'avoir nettoyée avec soin, purger la fiole Erlenmeyer (6.7) avec de l'azote ou du dioxyde de carbone. Peser dans la fiole, à 0,1 mg près:

- a) soit un échantillon pour essai de $5,0 \text{ g} \pm 0,1 \text{ g}$, pour les indices de peroxyde présumés compris entre >1 et 30;
- b) soit un échantillon pour essai de $10,0 \text{ g} \pm 0,1 \text{ g}$, pour les indices de peroxyde présumés compris entre 0 et 1.

L'indice de peroxyde est un paramètre dynamique dont la valeur dépend de l'histoire 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 convient que les utilisateurs de la présente Norme internationale sachent qu'en raison de la masse d'échantillon prescrite, les indices de peroxyde obtenus peuvent être inférieurs à ceux obtenus avec une prise d'essai inférieure. Pour certains produits, la quantité de graisse/huile extraite peut être inférieure à 5 g ou bien l'indice de peroxyde de graisse/huile peut être supérieur à 30 meq d'oxygène actif par kilogrammes. Dans ces cas précis, il convient que l'utilisateur choisisse une prise d'essai inférieure. Dans la mesure où la masse de l'échantillon influe sur le résultat, la mentionner avec le résultat correspondant.

9.3.2 Dissoudre l'échantillon pour essai dans 50 ml de solution d'acide acétique glacial et d'iso-octane (5.4), en agitant doucement.

Dans le cas des corps gras à haut point de fusion (graisses solides et graisses animales), ajouter avec précaution 20 ml d'iso-octane (5.3) à la graisse fondue, en brassant doucement, puis ajouter immédiatement 30 ml d'acide acétique glacial (5.2). Au besoin, chauffer doucement l'échantillon pour essai.

9.3.3 Ajouter le barreau d'agitation magnétique (6.6) et 0,5 ml de solution d'iodure de potassium saturée (5.6), et agiter l'échantillon pour essai à l'aide de l'agitateur du titrateur automatique (6.1) durant 60 s exactement (utiliser un chronomètre ayant une précision de ± 1 s), en le réglant à une vitesse moyenne afin d'éviter toute projection.

9.3.4 Ajouter immédiatement de 30 ml à 100 ml d'eau (5.1). La quantité varie en fonction du matériel utilisé.

NOTE Il est nécessaire d'utiliser la plus grande quantité d'eau en raison de l'inversion de phase, mais celle-ci dépend aussi du matériel utilisé. La phase qui est dosée est la phase inférieure. Avec de plus grandes quantités d'eau, la différence potentiométrique entre le démarrage et le point d'arrêt du titrage est plus importante (~ 100 mV). Sur une courbe de titrage, cela se traduit par un point d'inflexion plus marqué.

9.3.5 Immerger l'électrode platine combinée (6.2) dans l'échantillon pour essai et démarrer le titrage avec la solution étalon de thiosulfate de sodium 0,01 N (5.8), tout en procédant à une agitation très rapide.

9.3.6 Au cours d'un essai à blanc parallèle, il ne faut pas utiliser plus de 0,1 ml de solution de thiosulfate 0,01 N.

9.3.7 La majorité des équipements de titrage évaluent automatiquement le point équivalent; si ce n'est pas le cas, déterminer graphiquement le point d'arrêt selon la méthode du point d'inflexion.

NOTE Des courbes caractéristiques de titrage du point d'arrêt sont données à la Figure A.1.