
**Corps gras d'origines animale et
végétale — Détermination de l'indice
d'acide et de l'acidité**

*Animal and vegetable fats and oils — Determination of acid value and
acidity*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 660:2009

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fb1aa8f-c05c-47a5-9b54-5bb94fd5c06e/iso-660-2009>



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 660:2009

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fb1aa8f-c05c-47a5-9b54-5bb94fd5c06e/iso-660-2009>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2009

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

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 660:1996), qui a fait l'objet d'une révision technique. Elle incorpore également l'Amendement ISO 660:1996/Amd.1:2003.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fbflaa8f-c05c-47a5-9b54-5bb94fd5c06e/iso-660-2009>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 660:2009

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fb1aa8f-c05c-47a5-9b54-5bb94fd5c06e/iso-660-2009>

Corps gras d'origines animale et végétale — Détermination de l'indice d'acide et de l'acidité

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie trois méthodes (deux titrimétriques et une potentiométrique) pour la détermination de l'acidité dans les corps gras d'origines animale et végétale dits corps gras. L'acidité est exprimée, de préférence, en indice d'acide ou bien en acidité calculée conventionnellement.

La présente Norme internationale est applicable aux corps gras d'origines végétale ou animale à l'état brut ou raffinés, aux acides gras des pâtes de neutralisation ou aux acides gras de qualité technique. Ces méthodes ne sont pas applicables aux cires.

Ces méthodes ne sont en aucun cas spécifiques, elles ne peuvent donc pas être utilisées pour différencier les acides minéraux, les acides gras libres et autres acides organiques. De ce fait, l'indice d'acide inclut tout acide minéral potentiellement présent.

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*

ISO 3696, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

3.1

indice d'acide

nombre de milligrammes d'hydroxyde de potassium nécessaires pour neutraliser les acides gras libres présents dans 1 g de corps gras, déterminé conformément au mode opératoire spécifié dans la présente Norme internationale

NOTE L'indice d'acide est exprimé en milligrammes par gramme.

3.2

acidité

teneur en acides gras libres déterminée conformément au mode opératoire spécifié dans la présente Norme internationale

NOTE L'acidité est exprimée en pourcentage en masse. Si le résultat reporté de la détermination indique simplement «acidité» sans autre précision, cela signifie, par convention, l'acidité basée sur la teneur en acide oléique.

4 Principe

Mise en solution d'un échantillon dans un mélange adapté de solvants, puis titrage des acides présents avec une solution éthanolique ou méthanolique d'hydroxyde de potassium ou de sodium.

Les méthodes spécifiées en 9.1 et 9.2 sont des méthodes de référence.

5 Réactifs

AVERTISSEMENT — L'attention est attirée sur les réglementations qui s'appliquent à la manipulation de substances dangereuses. Des mesures de sécurité d'ordre technique, organisationnel et personnel doivent être suivies.

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, sauf spécifications contraires.

5.1 Solvant A utilisé pour le mélange de solvants (5.3), éthanol, fraction volumique $\varphi \approx 96 \%$.

Le propanol-2 de fraction massique $\varphi \approx 99 \%$ environ peut être utilisé en remplacement.

5.2 Solvant B utilisé pour le mélange de solvants (5.3), éther diéthylique, exempt de peroxydes.

En remplacement, le *tert*-butylméthyléther, l'éther de pétrole (plage d'ébullition de 40 °C à 60 °C) ou le toluène peuvent également être utilisés.

AVERTISSEMENT — L'éther diéthylique est très inflammable et peut former des peroxydes explosifs. Son utilisation requiert des précautions particulières.

5.3 Mélange de solvants, mélanger des volumes égaux des solvants A et B (par exemple $\varphi_A = 50 \text{ ml}/100 \text{ ml}$ et $\varphi_B = 50 \text{ ml}/100 \text{ ml}$)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fb1aa8f-c05c-47a5-9b54-f5b9235c0c60/iso-660-2009>

Dans le cas de graisse animale ou de corps gras solide, un mélange d'un volume de solvant A (par exemple 25 ml) et de trois volumes de *tert*-butylméthyléther ou de toluène (par exemple 75 ml) est recommandé.

Neutraliser, juste avant l'emploi, avec une solution d'hydroxyde de potassium en présence de 0,3 ml de solution de phénolphtaléine pour 100 ml de mélange de solvants.

Pour le titrage en milieu KOH aqueux, le solvant propanol-2 peut être utilisé.

5.4 Éthanol ou méthanol, de fraction volumique minimale $\varphi = 95 \%$.

5.5 Hydroxyde de sodium ou hydroxyde de potassium, solutions volumétriques titrées d'éthanol ou de méthanol, concentration en substance $c(\text{NaOH})$ ou $c(\text{KOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$ et $0,5 \text{ mol/l}$. La concentration doit être vérifiée avec une solution volumétrique titrée de HCl.

NOTE La solution éthanolique ou méthanolique d'hydroxyde de potassium/sodium peut être remplacée par une solution d'hydroxyde de sodium ou de potassium aqueuse, uniquement si le volume d'eau introduit ne provoque pas une séparation de phase.

5.6 Phénolphtaléine, solution dans l'éthanol de concentration massique $\rho = 1 \text{ g}/100 \text{ ml}$.

5.7 Thymolphtaléine, solution dans l'éthanol de concentration massique $\rho = 2 \text{ g}/100 \text{ ml}$.

5.8 Bleu alcalin 6B, solution dans l'éthanol de concentration massique $\rho = 2 \text{ g}/100 \text{ ml}$.

Dans le cas de corps gras de couleur sombre, la **thymolphtaléine** ou le **bleu alcalin** doivent être utilisés.

5.9 Eau, de qualité 3, conformément à l'ISO 3696.

6 Appareillage

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

- 6.1 **Burette**, d'une capacité de 10 ml, graduée tous les 0,02 ml, ISO 385^[1] classe A.
- 6.2 **Burette**, d'une capacité de 25 ml, graduée tous les 0,05 ml, ISO 385^[1] classe A.
- 6.3 **Balance analytique**, pouvant être lue à 0,001 g près.
- 6.4 **Appareil de titrage automatique**, (basé sur une électrode potentiométrique) ou potentiomètre.
- 6.5 **Électrode de pH combinée**, pour les titrages acide-base non aqueux.
- 6.6 **Fioles jaugées**, d'un volume de 1 000 ml, ISO 1042^[2] classe A.

7 Échantillonnage

Il convient qu'un échantillon représentatif ait été envoyé au laboratoire. Il convient qu'il n'ait pas été endommagé ou modifié lors du transport ou de 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^[3].

iTeh STANDARD PREVIEW

8 Préparation de l'échantillon pour essai (standards.iteh.ai)

Préparer l'échantillon pour essai conformément à l'ISO 661, sauf si l'échantillon contient des acides gras volatils, auquel cas l'échantillon pour essai ne doit pas être chauffé ni filtré.

9 Mode opératoire

9.1 Méthode au solvant à froid utilisant un indicateur (Méthode de référence)

9.1.1 Suivant l'estimation de la valeur présumée de l'indice d'acide, choisir la masse de la prise d'essai et la concentration d'alcali conformément au Tableau 1.

9.1.2 Conformément au Tableau 1, peser la prise d'essai dans une fiole conique de 250 ml.

9.1.3 Ajouter 50 ml à 100 ml du mélange de solvant neutralisé (5.3) et dissoudre la prise d'essai si nécessaire en chauffant légèrement.

Dans le cas d'échantillons à point de fusion élevé, utiliser un mélange d'éthanol et de toluène.

9.1.4 Après avoir ajouté un indicateur (5.6, 5.7 ou 5.8), titrer en agitant constamment à l'aide d'une solution titrée d'hydroxyde de potassium (5.5). Le point final du titrage est atteint lorsque l'ajout d'une seule goutte d'alcali provoque un changement de couleur net même s'il est léger, persistant durant au moins 15 s.

Tableau 1 — Masses des prises d'essai et concentrations d'alcali

Groupe de produits (exemples)	Indice d'acide approximatif	Masse de la prise d'essai g	Concentration de KOH mol/l	Exactitude de pesée de la prise d'essai g
Corps gras raffinés d'origine végétale Corps gras d'origine animale	0 à 1	20	0,1	0,05
Corps gras à l'état brut d'origine végétale Corps gras d'origine animale de qualité technique	1 à 4 4 à 15	10 2,5	0,1 0,1	0,02 0,01
Acides gras des pâtes de neutralisation	15 à 75	0,5 3,0	0,1 0,5	0,001
Acides gras de qualité technique	> 75	0,2 1,0	0,1 0,5	0,001

9.2 Méthode au solvant à froid utilisant un titrage potentiométrique (Méthode de référence)

9.2.1 Conformément au Tableau 1, peser la prise d'essai dans un bécher de 150 ml.

9.2.2 Ajouter 50 ml à 100 ml du mélange de solvant neutralisé (5.3) et dissoudre la prise d'essai si nécessaire en faisant doucement chauffer.

Dans le cas d'échantillons à point de fusion élevé, utiliser un mélange d'éthanol et de toluène.

9.2.3 Introduire l'électrode combinée dans le mélange de solvants et la relier à l'appareil de titrage automatique.

9.2.4 Déclencher l'agitateur pendant au moins 30 s puis titrer en agitant constamment avec la solution d'hydroxyde de potassium titrée (5.5).

9.2.5 Dès que le point d'équivalence est atteint, consigner la quantité de solution titrée utilisée.

9.3 Méthode à l'éthanol à chaud utilisant un indicateur

9.3.1 Dans les conditions spécifiées dans la présente méthode, les acides gras à chaîne courte s'ils sont présents, sont volatils.

9.3.2 Peser dans une fiole une masse suffisante de l'échantillon pour essai comme indiqué dans le Tableau 1, selon la couleur et l'indice d'acide présumé.

9.3.3 Dans une deuxième fiole, porter à ébullition 50 ml d'éthanol contenant 0,5 ml de solution d'indicateur phénolphthaléine. Alors que la température de l'éthanol est encore supérieure à 70 °C, le neutraliser avec précaution avec une solution à 0,1 mol/l d'hydroxyde de sodium ou d'hydroxyde de potassium.

Le point final du titrage est atteint lorsque l'ajout d'une seule goutte d'alcali provoque un changement de couleur net même s'il est léger, persistant durant au moins 15 s.

Pour les corps gras de couleur sombre, il peut s'avérer nécessaire d'utiliser l'éthanol et l'indicateur en volumes plus importants. De plus, pour les corps gras de couleur sombre, le bleu alcalin ou la thymolphthaléine doivent être utilisés.

9.3.4 Ajouter l'éthanol neutralisé à la prise d'essai dans la première fiole et mélanger soigneusement. Porter le contenu à ébullition et titrer avec la solution d'hydroxyde de sodium ou d'hydroxyde de potassium, en agitant vigoureusement le contenu de la fiole pendant le titrage.

10 Calcul

Consigner l'indice d'acide, w_{AV} , ou la teneur en acides gras libres, w_{FFA} , comme suit:

- à deux décimales pour les valeurs de 0 jusqu'à et y compris 1;
- à une décimale pour les valeurs de 1 jusqu'à et y compris 100;
- en nombre entier pour les valeurs supérieures à 100.

En complément des calculs suivants, la teneur approximative en acides gras libres (acidité) est calculée à partir de:

$$w_{FFA} = 0,5 \times w_{AV}$$

10.1 Indice d'acide

L'indice d'acide, w_{AV} , exprimé en fraction massique est égal à

$$w_{AV} = \frac{56,1 \times c \times V}{m}$$

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

où

c est la concentration exacte en moles par litre, de la solution titrée d'hydroxyde de sodium ou de potassium utilisée;

V est le volume, en millilitres, de la solution titrée d'hydroxyde de sodium ou de potassium utilisée;

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai.

10.2 Acidité ou teneur en acides gras libres

L'acidité ou la teneur en acides gras libres, w_{FFA} , exprimée en fraction massique en pourcentage, et en fonction du type de corps gras (voir Tableau 2), est égale à

$$w_{FFA} = \frac{V \times c \times M \times 100}{1000 \times m}$$

où

V est le volume, en millilitres, de la solution titrée d'hydroxyde de sodium ou de potassium utilisée;

c est la concentration, en moles par litre, de la solution titrée d'hydroxyde de sodium ou de potassium utilisée;

M est la masse molaire, en grammes par mole, de l'acide gras retenu pour l'expression du résultat (voir Tableau 2) selon le type de corps gras;

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai.