

---

Norme internationale



660

---

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

---

**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 of acidity*

Première édition — 1983-11-01

ITeH STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 660:1983

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/643c6942-5c7c-47a4-b1d0-a6489e9fa380/iso-660-1983>

---

CDU 664.3 : 543.852.1

Réf. n° : ISO 660-1983 (F)

**Descripteurs** : corps gras animal, corps gras végétal, huile végétale, essai, détermination, acidité, indice d'acide.

## 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 660 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits agricoles alimentaires*, et a été soumise aux comités membres en septembre 1982.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée : [ISO 660:1983](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/643c6942-5c7c-47a4-b1d0-a6489e06380/iso-660-1983>

Afrique du Sud, Rép. d'	France	Nouvelle-Zélande
Allemagne, R. F.	Hongrie	Philippines
Australie	Inde	Pologne
Autriche	Iran	Portugal
Bulgarie	Iraq	Royaume-Uni
Canada	Israël	Tanzanie
Corée, Rép. dém. p. de	Italie	Thaïlande
Égypte, Rép. arabe d'	Kenya	URSS
Espagne	Malaisie	USA
Éthiopie	Mexique	Yougoslavie

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

Pays-Bas

Cette Norme internationale annule et remplace la Recommandation ISO/R 660-1968, dont elle constitue une révision technique.

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

## 1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie deux méthodes (titrimétrique et potentiométrique) de détermination des acides gras libres dans les corps gras d'origines animale et végétale. Les acides sont exprimés, de préférence, par l'indice d'acide ou, en alternative, par l'acidité calculée conventionnellement.

La méthode est applicable aux corps gras d'origines animale et végétale. Elle n'est pas applicable aux cires.

## 2 Références

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

ISO 5555, *Corps gras d'origines animale et végétale*  
*Échantillonnage.*

## 3 Définitions

Dans le cadre de la présente Norme internationale, les définitions suivantes sont applicables.

**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.

**3.2 acidité** : Expression conventionnelle du pourcentage d'acides gras libres.

Selon la nature du corps gras, l'acidité peut aussi être exprimée comme indiqué dans le tableau 1.

Tableau 1

Nature du corps gras	Expression	Masse molaire g/mol
Huile de coprah, huile de palmiste et huiles similaires	Acide laurique	200
Huile de palme	Acide palmitique	256
Huiles de certaines crucifères*	Acide érucique	338
Tous autres corps gras	Acide oléique	282

\* Dans le cas de l'huile de colza à faible teneur en acide érucique, l'acidité doit être exprimée en acide oléique.

Si le résultat indique simplement «acidité», sans autre précision, elle est par convention exprimée en pourcentage d'acide oléique.

Si l'échantillon contient des acides minéraux, ceux-ci sont par convention déterminés comme acides gras.

## 4 Méthode titrimétrique

### 4.1 Généralités

Cette méthode convient particulièrement aux corps gras qui ne sont pas fortement colorés.

### 4.2 Principe

Mise en solution d'une prise d'essai dans un mélange de solvants, puis titrage des acides gras libres présents à l'aide d'une solution éthanolique d'hydroxyde de potassium.

### 4.3 Réactifs

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique reconnue, et l'eau utilisée doit être de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

**4.3.1 Oxyde diéthylique/éthanol à 95 % (V/V)**, mélange 1 + 1 (V/V).

**AVERTISSEMENT — L'oxyde diéthylique est très inflammable et peut former des peroxydes explosifs. Il doit être utilisé en prenant des précautions particulières.**

Neutraliser exactement au moment de l'emploi avec la solution d'hydroxyde de potassium (4.3.2), en présence de 0,3 ml de la solution de phénolphaléine (4.3.3) pour 100 ml de mélange.

NOTE — S'il n'est pas possible d'utiliser l'oxyde diéthylique, un mélange de solvants formé d'éthanol et de toluène peut être utilisé. Si nécessaire, l'éthanol peut être remplacé par le propanol-2.

**4.3.2 Hydroxyde de potassium**, solution éthanolique titrée,  $c(\text{KOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$ , ou, si nécessaire,  $c(\text{KOH}) = 0,5 \text{ mol/l}$ .

La concentration exacte de la solution éthanolique d'hydroxyde de potassium doit être connue, et vérifiée immédiatement avant l'emploi. Utiliser une solution préparée au moins 5 jours avant

emploi et décantée dans un flacon en verre brun fermé avec un bouchon de caoutchouc. La solution doit être incolore ou jaune paille.

NOTE — Une solution incolore stable d'hydroxyde de potassium peut être préparée de la façon suivante. Porter et maintenir durant 1 h à l'ébullition à reflux 1 000 ml d'éthanol avec 8 g d'hydroxyde de potassium et 0,5 g de rognures d'aluminium. Distiller immédiatement. Dissoudre dans le distillat la quantité requise d'hydroxyde de potassium. Laisser reposer durant plusieurs jours et décanter le liquide clair surnageant du précipité de carbonate de potassium.

La solution peut aussi être préparée sans distillation de la façon suivante. À 1 000 ml d'éthanol, ajouter 4 ml de butylate d'aluminium et laisser reposer le mélange durant quelques jours. Décanter le liquide surnageant et y dissoudre la quantité requise d'hydroxyde de potassium. Cette solution est prête pour l'emploi.

**4.3.3 Phénolphthaléine**, solution à 10 g/l dans l'éthanol à 95 à 96 % (V/V) ou **bleu alcalin** (dans le cas de corps gras fortement colorés), solution à 20 g/l dans l'éthanol à 95 à 96 % (V/V).

#### 4.4 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et notamment

**4.4.1 Balance analytique.**

**4.4.2 Fiole conique**, de 250 ml de capacité.

**4.4.3 Burette**, de 10 ml de capacité, graduée en 0,1 ml.

#### 4.5 Échantillonnage

Prélever l'échantillon pour laboratoire conformément à l'ISO 5555.

#### 4.6 Mode opératoire

##### 4.6.1 Préparation de l'échantillon pour essai

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

##### 4.6.2 Prise d'essai

Prélever une prise d'essai, selon l'indice d'acide présumé, d'après les indications du tableau 2.

Tableau 2

Indice d'acide présumé	Masse de la prise d'essai	Précision de la pesée de la prise d'essai
	g	g
< 1	20	0,05
1 à 4	10	0,02
4 à 15	2,5	0,01
15 à 75	0,5	0,001
> 75	0,1	0,000 2

Peser la prise d'essai dans la fiole conique (4.4.2).

#### 4.6.3 Détermination

Dissoudre la prise d'essai (4.6.2) dans 50 à 150 ml du mélange oxyde diéthylique/éthanol (4.3.1) préalablement neutralisé.

Titrer, en agitant, avec la solution d'hydroxyde de potassium à 0,1 mol/l (4.3.2) (voir note 3) jusqu'à virage de l'indicateur (coloration rose de la phénolphthaléine persistant durant au moins 10 s).

#### NOTES

1 Dans le cas d'indices d'acide très faibles ( $< 1$ ), il est préférable de faire passer un léger courant d'azote dans la solution d'essai.

2 La solution éthanolique titrée d'hydroxyde de potassium (4.3.2) peut être remplacée par une solution aqueuse d'hydroxyde de potassium ou de sodium lorsque le volume d'eau introduit n'entraîne pas une séparation de phases.

3 Si la quantité nécessaire de solution d'hydroxyde de potassium à 0,1 mol/l dépasse 10 ml, utiliser une solution à 0,5 mol/l.

4 Si la solution devient trouble pendant le titrage, ajouter une quantité suffisante du mélange de solvants (4.3.1) pour donner une solution claire.

#### 4.6.4 Nombre de déterminations

Effectuer deux déterminations sur le même échantillon pour essai.

### 5 Méthode potentiométrique

#### 5.1 Principe

Titrage potentiométrique des acides gras libres présents dans une prise d'essai à l'aide d'une solution isopropanolique d'hydroxyde de potassium en milieu non aqueux.

#### 5.2 Réactifs

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique reconnue, et l'eau utilisée doit être de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

**5.2.1 Méthylisobutylcétone**, neutralisée au moment de l'emploi avec la solution isopropanolique d'hydroxyde de potassium (5.2.2), en présence de phénolphthaléine, jusqu'à virage au rose.

**5.2.2 Hydroxyde de potassium**, solution titrée  $c(\text{KOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$  ou  $0,5 \text{ mol/l}$ .

**5.2.2.1 Hydroxyde de potassium**, solution titrée,  $c(\text{KOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$ , dans du propanol-2.

Dissoudre 7 g d'hydroxyde de potassium en pastilles dans du propanol-2 et compléter à 1 000 ml avec du propanol-2.

**5.2.2.2 Hydroxyde de potassium**, solution titrée,  $c(\text{KOH}) = 0,5 \text{ mol/l}$ , dans du propanol-2.

Dissoudre 35 g d'hydroxyde de potassium en pastilles dans du propanol-2 et compléter à 1 000 ml avec du propanol-2.

### 5.2.2.3 Étalonnage

La concentration exacte de la solution doit être déterminée immédiatement avant emploi.

Peser, à 0,000 2 g près, 0,15 g (pour la solution 5.2.2.1) ou 0,75 g (pour la solution 5.2.2.2) d'acide benzoïque de pureté 99,9 %, l'introduire dans un bécher (5.3.2) et le dissoudre dans 50 ml de méthylisobutylcétone (5.2.1).

Introduire les électrodes du pH-mètre (5.3.4), déclencher l'agitateur (5.3.5) et titrer avec la solution d'hydroxyde de potassium (5.2.2.1 ou 5.2.2.2) jusqu'au point d'équivalence (voir note 1 en 5.5.3).

La concentration de la solution d'hydroxyde de potassium (5.2.2.1 ou 5.2.2.2), exprimée en moles par litre, est donnée par la formule

$$\frac{1\,000 \times m_0}{122,1 \times V_0}$$

où

$m_0$  est la masse, en grammes, d'acide benzoïque utilisé pour l'étalonnage;

$V_0$  est le volume, en millilitres, de la solution d'hydroxyde de potassium (5.2.2.1 ou 5.2.2.2) utilisée.

### 5.3 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et notamment

#### 5.3.1 Balance analytique.

#### 5.3.2 Bécher, de 150 ml de capacité, forme haute.

#### 5.3.3 Burette, de 10 ml de capacité, graduée en 0,1 ml.

#### 5.3.4 pH-mètre, équipé d'électrodes en verre et au calomel.

Le contact entre la solution saturée de chlorure de potassium et la solution d'essai doit être effectué à travers une plaque de porcelaine ou de verre fritté d'au moins 3 mm d'épaisseur.

NOTE — Il y a intérêt à conserver durant 12 h avant les titrages l'électrode en verre dans l'eau distillée ou mieux dans la méthylisobutylcétone. La sécher très doucement avec un papier filtre avant d'effectuer le mesurage. La rincer immédiatement après le dosage avec de la méthylisobutylcétone, puis avec du propanol-2, enfin avec de l'eau distillée.

Si l'électrode ne fonctionne pas de façon satisfaisante, essayer de la régénérer en la conservant durant 24 h dans une solution isopropanolique d'acide chlorhydrique à 1 mol/l. Après ce traitement, laver l'électrode à l'eau distillée, puis avec du propanol-2 et de la méthylisobutylcétone.

L'emploi de plaques de porcelaine ou de verre fritté épaisses pour assurer le contact entre la solution saturée de chlorure de potassium et la solution d'essai évite les courants de diffusion et les potentiels parasites.

#### 5.3.5 Agitateur, de préférence agitateur magnétique.

### 5.4 Échantillonnage

Prélever l'échantillon pour laboratoire conformément à l'ISO 5555.

### 5.5 Mode opératoire

#### 5.5.1 Préparation de l'échantillon pour essai

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

#### 5.5.2 Prise d'essai

Dans le bécher (5.3.2), peser, à 0,01 g près, 5 à 10 g de l'échantillon pour essai.

#### 5.5.3 Détermination

Dissoudre la prise d'essai (5.5.2) dans 50 ml de méthylisobutylcétone (5.2.1).

Introduire les électrodes du pH-mètre (5.3.4), déclencher l'agitateur (5.3.5) et titrer avec la solution d'hydroxyde de potassium (5.2.2.1 ou 5.2.2.2) (selon l'acidité présumée de l'échantillon) jusqu'au point d'équivalence.

#### NOTES

1 Le point d'équivalence est généralement voisin de la valeur 10 lue sur l'échelle des pH et peut être déterminé graphiquement en l'identifiant sur la courbe de neutralisation au point d'inflexion.

Il est également possible de le calculer en prenant la valeur pour laquelle la dérivée première de la variation du pH en fonction de la quantité de la solution d'hydroxyde de potassium ajoutée est maximale, ou la valeur pour laquelle la dérivée seconde s'annule.

2 Le point d'inflexion n'est pas possible à déterminer dans le cas des huiles de coton brutes riches en gossypol. Dans ce cas, utiliser une détermination conventionnelle du point d'inflexion arbitrairement fixé au pH du point d'équivalence de la neutralisation de l'acide oléique par l'hydroxyde de potassium dans le solvant utilisé pour le titrage, comme décrit ci-après.

Dissoudre environ 0,282 g d'acide oléique dans 50 ml de méthylisobutylcétone (5.2.1). Tracer la courbe de neutralisation de l'acide oléique par la solution d'hydroxyde de potassium (5.2.2.1) utilisée. Lire sur la courbe le pH du point d'inflexion (correspondant en principe à l'addition de 10 ml de solution d'hydroxyde de potassium à 0,1 mol/l). À partir de cette valeur, lire sur la courbe de neutralisation de l'huile de coton le volume de solution d'hydroxyde de potassium utilisé pour «neutraliser» l'huile de coton.

#### 5.5.4 Nombre de déterminations

Effectuer deux déterminations sur le même échantillon pour essai.

## 6 Expression des résultats

### 6.1 Expression en indice d'acide

L'indice d'acide est égal à

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

où

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

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

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

Prendre comme résultat la moyenne arithmétique des deux déterminations.

## 6.2 Expression en acidité

L'acidité peut être calculée à partir des résultats obtenus pour la détermination de l'indice d'acide, soit par la méthode titrimétrique (chapitre 4), soit par la méthode potentiométrique (chapitre 5).

L'acidité, exprimée en pourcentage en masse, est égale à

$$V \times c \times \frac{M}{1\,000} \times \frac{100}{m}$$

$$= \frac{V \times c \times M}{10 \times m}$$

où

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

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

$M$  est la masse molaire, en grammes par mole, de l'acide adopté pour l'expression du résultat (voir tableau 1);

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

Prendre comme résultat la moyenne arithmétique des deux déterminations.

## 7 Procès-verbal d'essai

Le procès-verbal d'essai doit indiquer la méthode utilisée et les résultats obtenus en précisant clairement le mode d'expression choisi. Il doit, en outre, mentionner tous les détails opératoires non prévus dans la présente Norme internationale, ou facultatifs, ainsi que les incidents éventuels susceptibles d'avoir agi sur les résultats.

Le procès-verbal d'essai doit donner tous les renseignements nécessaires à l'identification complète de l'échantillon.

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 660:1983

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/643c6942-5c7c-47a4-b1d0-a6489e9fa380/iso-660-1983>

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

ISO 660:1983

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/643c6942-5c7c-47a4-b1d0-a6489e9fa380/iso-660-1983>

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

ISO 660:1983

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/643c6942-5c7c-47a4-b1d0-a6489e9fa380/iso-660-1983>