

NORME INTERNATIONALE

ISO
729

Deuxième édition
1988-11-01



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

Graines oléagineuses — Détermination de l'acidité de l'huile

Oilseeds — Determination of acidity of oils

ITCI STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 729:1988

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4303d5b4-8c57-419b-86e3-27271e041dde/iso-729-1988>

Numéro de référence
ISO 729:1988 (F)

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 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. Les Normes internationales sont approuvées conformément aux procédures de l'ISO qui requièrent l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 729 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits agricoles alimentaires*. <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4303d5b4-8c57-419b-86e3-27271e041dde/iso-729-1988>

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 729 : 1985), dont elle constitue une révision mineure.

Graines oléagineuses — Détermination de l'acidité de l'huile

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode pour la détermination de l'acidité de l'huile des graines oléagineuses. L'acidité est exprimée, de préférence, en indice d'acide ou, en alternative, en acidité calculée conventionnellement.

NOTE 1 — La présente Norme internationale a été élaborée en s'alignant sur l'ISO 660¹⁾.

On peut déterminer l'acidité de l'huile du produit tel quel (graines pures et impuretés) ou, sur demande, l'acidité de l'huile des graines pures et éventuellement des impuretés.

Elle n'est pas applicable aux graines de coton à linters adhérents, à la palme et à l'olive.

NOTE 2 — Compte tenu des résultats particulièrement mauvais obtenus sur des graines et fruits à forte teneur en acide laurique (coprah et palmiste) lors des essais interlaboratoires, l'application de cette méthode à ces oléagineux pose, à l'heure actuelle, des problèmes.

2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 542 : 1980, *Graines oléagineuses — Échantillonnage*.

ISO 659 : 1988, *Graines oléagineuses — Détermination de l'extrait à l'hexane (ou à l'éther de pétrole), dit «teneur en huile»*.

3 Définitions

Pour les besoins de la présente Norme internationale, les définitions suivantes 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 d'huile.

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

Selon la nature du corps gras, l'acidité peut 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 à forte teneur en acide laurique	Acide laurique	200
Tous autres corps gras	Acide oléique	282

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

4 Principe

Mise en solution dans un mélange d'oxyde diéthylique et d'éthanol de l'huile extraite lors de la détermination de la «teneur en huile» des graines, puis titrage des acides gras libres présents à l'aide d'une solution éthanolique d'hydroxyde de potassium.

5 Réactifs

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

5.1 Oxyde diéthylique/éthanol à 95% (V/V), mélange 1 + 1 en volume.

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

Neutraliser le mélange exactement, au moment de l'emploi, à l'aide de la solution éthanolique d'hydroxyde de potassium (5.2), en présence de 0,3 ml d'indicateur (5.3) pour 100 ml de mélange.

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

1) ISO 660 : 1983, *Corps gras d'origines animale et végétale — Détermination de l'indice d'acide et de l'acidité*.

5.2 Hydroxyde de potassium, solution titrée dans l'éthanol à 95 % (V/V), $c(\text{KOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$, ou, si nécessaire, $c(\text{KOH}) = 0,5 \text{ mol/l}$ (voir note 2 en 8.3).

La concentration exacte doit être connue et vérifiée immédiatement avant emploi. Utiliser une solution préparée au moins 5 jours avant emploi et décantée dans un flacon en verre bien 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.

5.3 Phénolphthaléine, solution à 10 g/l dans l'éthanol à 95 % (V/V) ou **bleu alcalin 6B** (dans le cas d'huiles fortement colorées), solution à 20 g/l dans l'éthanol à 95 % (V/V).

6 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et notamment

6.1 Appareillage nécessité par la méthode d'extraction de l'huile (ISO 659).

6.2 Burette, de 10 ml de capacité, graduée en 0,05 ml.

6.3 Balance analytique.

7 Échantillonnage

L'échantillonnage doit être effectué conformément à l'ISO 542.

8 Mode opératoire

8.1 Extraction

Effectuer l'extraction immédiatement après la préparation de l'échantillon selon la méthode prescrite dans l'ISO 659.

8.2 Prise d'essai

Prendre comme prise d'essai la totalité de l'extrait obtenu, pesé au milligramme près. Procéder à la détermination (8.3) immédiatement après la pesée.

8.3 Détermination

Dissoudre la prise d'essai (8.2) dans 50 ml à 150 ml du mélange oxyde diéthylique/éthanol (5.1) préalablement neutralisé.

Titrer, en agitant, avec la solution éthanolique d'hydroxyde de potassium à 0,1 mol/l (5.2) jusqu'à virage de l'indicateur (coloration rose de la phénolphthaléine ou rouge du bleu alcalin 6B, persistant durant au moins 10 s).

NOTES

1 La solution éthanolique titrée d'hydroxyde de potassium (5.2) 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.

2 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.

3 Si la solution devient trouble pendant le titrage, ajouter un volume suffisant du mélange oxyde diéthylique/éthanol (5.1) pour donner une solution claire.

4 Dans le cas d'huiles fortement colorées, il peut être préférable d'utiliser la méthode potentiométrique de l'ISO 660.

8.4 Nombre de déterminations

Effectuer deux déterminations sur le même échantillon pour essai.

9 Expression des résultats

9.1 Méthode de calcul

9.1.1 Expression en indice d'acide

Il est recommandé d'exprimer le résultat de l'analyse en indice d'acide (voir 3.1).

L'indice d'acide est égal à

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

où

V est le volume, en millilitres, de la solution titrée d'hydroxyde de potassium utilisée (8.3);

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

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai (8.2);

56,1 est la masse molaire, exprimée en grammes par mole, de l'hydroxyde de potassium.

Prendre comme résultat la moyenne arithmétique des deux déterminations (voir 8.4).

Exprimer les résultats à 0,01 unité près.

9.1.2 Expression en acidité conventionnelle

L'acidité peut être calculée à partir des résultats obtenus pour la détermination de l'indice d'acide.

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

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

V , c et m ont les mêmes significations qu'en 9.1.1.

Prendre comme résultat la moyenne arithmétique des deux déterminations (voir 8.4).

Exprimer les résultats à 0,01 unité près.

9.1.3 Cas où l'huile des graines pures et celle des impuretés sont analysées séparément

Lorsque l'acidité de l'huile des impuretés est déterminée, l'huile doit être, si possible, extraite de 10 g d'impuretés.

L'indice d'acide et l'acidité de l'huile totale des graines telles quelles, peuvent être calculés à l'aide des formules suivantes :

a) par l'indice d'acide

$$\frac{a_1 w_{x1} w_{h1} + a_2 w_{x2} w_{h2}}{w_{x1} w_{h1} + w_{x2} w_{h2}}$$

b) pour l'acidité, en pourcentage

$$\frac{w_{p1} w_{x1} w_{h1} + w_{p2} w_{x2} w_{h2}}{w_{x1} w_{h1} + w_{x2} w_{h2}}$$

où

a_1 est l'indice d'acide de l'huile des graines pures;

a_2 est l'indice d'acide de l'huile des impuretés;

w_{h1} est le pourcentage en masse d'huile des graines pures;

w_{h2} est le pourcentage en masse d'huile des impuretés;

w_{p1} est l'acidité, en pourcentage en masse, de l'huile des graines pures;

w_{p2} est l'acidité, en pourcentage en masse, de l'huile des impuretés;

w_{x1} est le pourcentage en masse des graines pures dans le produit tel quel;

w_{x2} est le pourcentage en masse de poussières et d'impuretés oléagineuses dans le produit tel quel.

Dans le cas de l'arachide,

w_{h2} est le pourcentage en masse d'huile des poussières totales (poussières de graines et poussières stériles) et des autres impuretés;

w_{x1} est le pourcentage en masse de graines pures (non compris la teneur en farine de graines);

w_{x2} est le pourcentage en masse de poussières totales et autres impuretés.

9.2 Fidélité

Deux essais interlaboratoires organisés sur le plan international avec la participation respectivement de 14 laboratoires, chacun d'eux ayant effectué deux déterminations (n°1), et de 18 laboratoires, chacun d'eux ayant effectué trois déterminations (n°2), ont donné les résultats statistiques (déterminés selon l'ISO 5725¹⁾) indiqués dans le tableau 2.

10 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit indiquer la méthode utilisée et les résultats obtenus, en précisant clairement le mode d'expression choisi et en notant si celui-ci se rapporte à l'huile des graines telles quelles, ou à l'huile des graines pures. 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 rapport d'essai doit donner tous les renseignements nécessaires à l'identification complète de l'échantillon.

Tableau 2

Résultats en indice d'acide

Échantillon	Colza		Tournesol		Soja	
	Essai inter-laboratoire		Essai inter-laboratoire		Essai inter-laboratoire	
	n° 1	n° 2	n° 2	n° 1	n° 1	n° 2
Nombre de laboratoires retenus après élimination des aberrants	13	18	18	12	13	16
Moyenne	0,98	1,55	1,44	2,26	1,82	1,96
Écart-type de répétabilité, s_r	0,06	0,09	0,09	0,12	0,07	0,20
Coefficient de variation de répétabilité	6,0 %	5,8 %	6,4 %	5,5 %	3,7 %	10,3 %
Répétabilité, $2,83 s_r$	0,17	0,25	0,26	0,35	0,19	0,57
Écart-type de reproductibilités, s_R	0,17	0,40	0,43	0,70	0,43	0,43
Coefficient de variation de reproductibilité	18 %	26 %	30 %	31 %	24 %	22 %
Reproductibilité, $2,83 s_R$	0,48	1,14	1,23	1,98	1,22	1,21

1) ISO 5725 : 1986, *Fidélité des méthodes d'essai — Détermination de la répétabilité et de la reproductibilité d'une méthode d'essai normalisée par essais interlaboratoires.*

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 729:1988

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4303d5b4-8c57-419b-86e3-27271e041dde/iso-729-1988>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 729:1988

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4303d5b4-8c57-419b-86e3-27271e041dde/iso-729-1988>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 729:1988

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4303d5b4-8c57-419b-86e3-27271e041dde/iso-729-1988>

CDU 665.3 : 543.852.1

Descripteurs : produit agricole, oléagineux, analyse chimique, dosage, acidité.

Prix basé sur 3 pages
