
**Corps gras d'origines animale
et végétale — Détermination de
l'absorbance dans l'ultraviolet, exprimée
sous la forme d'extinction spécifique
en lumière ultraviolette**

*Animal and vegetable fats and oils — Determination of ultraviolet
absorbance expressed as specific UV extinction*
**iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)**

ISO 3656:2011

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/450b40f6-8f12-4273-a086-5561c03208aa/iso-3656-2011>



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 3656:2011](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/450b40f6-8f12-4273-a086-5561c03208aa/iso-3656-2011>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2011

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 3656 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits alimentaires*, sous-comité SC 11, *Corps gras d'origines animale et végétale*.

Cette quatrième édition annule et remplace la troisième édition (ISO 3656:2002), qui a fait l'objet d'une révision technique.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/450b40f6-8f12-4273-a086-5561c03208aa/iso-3656-2011>

Introduction

La présente Norme internationale décrit une méthode de détermination de l'absorbance de la lumière dans le spectre ultraviolet (UV) par les corps gras. Les changements d'absorption dans la région UV sont utilisés comme critères de qualité, de pureté et d'authenticité pour les corps gras. Le raffinage provoque la formation de diènes et de triènes conjugués et une augmentation des valeurs de K_{232} et K_{268} , phénomènes indiquant la présence d'huiles raffinées. L'oxydation des acides linoléique et linoléique entraîne la formation de peroxydes d'hydrogène dans lesquels les doubles liaisons se conjuguent. Par ailleurs, on observe la formation de liaisons carbone-carbone ou de liaisons carbone-oxygène (composés carbonylés α,β -insaturés) sous forme de produits d'auto-oxydation secondaire. L'ensemble de ces composés entraîne une augmentation de l'absorption dans la région comprise entre 225 nm et 325 nm.

La troisième édition de la présente Norme internationale a permis de déterminer l'absorbance UV à 232 nm et 268 nm, à l'aide de trois solvants différents (isooctane, cyclohexane ou *n*-hexane). On sait toutefois que les solvants exercent eux-mêmes un effet sur l'absorbance UV entre 260 nm et 276 nm dans les huiles d'origine végétale. De récentes recherches ont montré que le mesurage de K_{268} et de K_{270} , pour une huile identique, dans l'isooctane ou dans le cyclohexane, donne des résultats significativement différents. Dans l'isooctane, les maxima apparaissent entre 267 nm et 268 nm, alors qu'ils apparaissent entre 268 nm et 269 nm dans le cyclohexane. Dans les normes COI relatives à la détermination de l'absorbance dans l'ultraviolet des huiles d'olive (vierges), les longueurs d'onde spécifiées sont de 232 nm et 270 nm.

S'appuyant sur les éléments ci-dessus, la quatrième édition de la présente Norme internationale spécifie un mesurage à 268 nm en cas d'utilisation d'isooctane, et un mesurage à 270 nm en cas d'utilisation de cyclohexane. De plus, la variation de l'extinction spécifique, ΔK , pour les huiles d'olive a été introduite. Les données de fidélité provenant d'un nouvel essai interlaboratoires ont également été prises en compte dans le cadre de cette révision.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/450b40f6-8f12-4273-a086-5561c03208aa/iso-3656-2011>

Corps gras d'origines animale et végétale — Détermination de l'absorbance dans l'ultraviolet, exprimée sous la forme d'extinction spécifique en lumière ultraviolette

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode pour la détermination de l'absorbance des corps gras d'origines animale et végétale, aux longueurs d'onde ultraviolettes.

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

ISO 3656:2011

NOTE La politique habituelle de l'ISO/TC 34/SC 11 consistant à utiliser des symboles spécifiés dans la Norme internationale 80000^[5] n'est pas suivie dans la présente Norme internationale. Les symboles sont ceux utilisés, par exemple, dans le règlement (CEE) N° 2568/91^[6] de la commission.

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

3.1

extinction spécifique ($K_{232} - K_{268} - K_{270}$)

absorbance de 1 g d'échantillon, dissous dans 100 ml d'isooctane ou de cyclohexane, mesurée dans une cuve de 10 mm aux longueurs d'onde spécifiques de 232 nm, 268 nm et 270 nm

4 Principe

Un échantillon est dissous dans de l'isooctane ou du cyclohexane et l'absorbance est mesurée à l'aide d'un spectrophotomètre dans une plage de longueurs d'onde ultraviolettes spécifiée. L'absorbance spécifique à 232 nm et 268 nm dans l'isooctane ou à 232 nm et 270 nm dans le cyclohexane, pour une concentration de 1 g pour 100 ml dans une cuve de 10 mm, est calculée.

5 Réactifs

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

Au cours de l'analyse, sauf indication contraire, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau distillée ou déminéralisée ou de l'eau de pureté équivalente.

5.1 Solvant: isooctane (2,2,4-triméthylpentane) pour le mesurage à 232 nm et 268 nm ou **cyclohexane** pour le mesurage à 232 nm et 270 nm, ayant une absorbance inférieure à 0,12 à 232 nm et inférieure à 0,05 à 250 nm par rapport à l'eau, mesurée dans une cuve de 10 mm.

6 Appareillage

La verrerie utilisée pour la détermination doit être soigneusement nettoyée et rincée avec le solvant (5.1) avant utilisation afin de la débarrasser des impuretés ayant une absorbance dans la plage de longueurs d'onde comprise entre 220 nm et 360 nm.

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

6.1 Fioles jaugées à un trait, d'une capacité de 25 ml, ISO 1042^[1] classe A.

6.2 Balance analytique, pouvant être lue à 0,000 1 g près.

6.3 Spectromètre, avec cuves en quartz d'une épaisseur de 10 mm, approprié pour les mesurages aux longueurs d'onde ultraviolettes (220 nm à 360 nm).

6.3.1 Généralités. Avant toute utilisation, il est recommandé de vérifier les échelles de longueur d'onde et d'absorbance du spectromètre comme spécifié en 6.3.2 et 6.3.3.

6.3.2 Échelle de longueur d'onde. Vérifier celle-ci en utilisant un matériau de référence constitué d'un filtre optique en verre contenant de l'oxyde d'holmium qui possède des bandes d'absorption distinctes. Le matériau de référence sert à vérifier et à étalonner les échelles de longueur d'onde des spectrophotomètres UV et visible ayant des largeurs de bande spectrale nominale de 5 nm ou moins. Le filtre en verre à l'holmium est mesuré en mode absorbance par rapport à un blanc d'air, sur la plage de longueurs d'onde comprise entre 640 nm et 240 nm. Pour chaque largeur de bande spectrale (0,10, 0,25, 0,50, 1,00, 1,50, 2,00 et 3,00), une correction de la ligne de base est effectuée avec un support de cuve vide. Les longueurs d'onde de la largeur de bande spectrale sont indiquées dans le certificat du matériau de référence¹⁾.

6.3.3 Échelle d'absorbance. Celle-ci peut être vérifiée en utilisant un matériau de référence comprenant quatre solutions de bichromate de potassium dans de l'acide perchlorique dans des cuves étanches en quartz à UV lointain pour mesurer la linéarité et l'exactitude photométrique de la référence dans l'UV. Les cuves remplies de bichromate de potassium (40 mg/ml, 60 mg/ml, 80 mg/ml et 100 mg/ml) sont mesurées par rapport à un blanc d'acide perchlorique (voir Référence [7]). Les valeurs d'absorbance nettes sont indiquées dans le certificat du matériau de référence¹⁾.

7 Échantillonnage

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^[2].

Il est important que le laboratoire reçoive un échantillon réellement représentatif, non endommagé ou modifié lors du transport ou de l'entreposage.

8 Préparation de l'échantillon pour essai

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

1) Des filtres à l'holmium et des cuves étanches au bichromate de potassium appropriés sont disponibles sur le marché, par exemple auprès de Starna Scientific (www.starnascientific.com). Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs du présent document et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif du fournisseur ainsi désigné.

S'assurer que l'échantillon pour essai est parfaitement homogène et est exempt d'impuretés en suspension. Filtrer les huiles qui sont liquides à température ambiante sur papier, à une température d'environ 30 °C. Homogénéiser et filtrer les graisses solides à une température ne dépassant pas 10 °C au-dessus de leur point de fusion.

9 Mode opératoire

9.1 Prise d'essai et préparation de la solution pour essai

9.1.1 Dans une fiole jaugée (6.1) de 25 ml, peser (6.2), à 0,1 mg près, une quantité de l'échantillon pour essai, en général de 0,05 g à 0,25 g, nécessaire pour obtenir des valeurs d'absorbance comprises entre 0,2 et 0,8.

9.1.2 K_{232}/K_{268} . Dissoudre la prise d'essai à température ambiante dans quelques millilitres d'isooctane (5.1) pour déterminer l'absorbance spécifique à 232 nm et 268 nm puis compléter au trait avec le même solvant. Bien mélanger.

9.1.3 K_{232}/K_{270} . Dissoudre la prise d'essai à température ambiante dans quelques millilitres de cyclohexane (5.1) pour mesurer l'absorbance spécifique à 232 nm et 270 nm puis compléter au trait avec le même solvant. Bien mélanger.

9.1.4 S'assurer que les solutions préparées en 9.1.2 et 9.1.3 sont parfaitement limpides. En cas d'opalescence ou de turbidité, filtrer rapidement sur du papier.

Si la concentration en échantillon pour essai dans la solution pour essai est supérieure à 1 g pour 100 ml de solution, cela doit être mentionné dans le rapport d'essai.

9.2 Détermination

Rincer trois fois une cuve en quartz (6.3) avec la solution pour essai (9.1). Remplir la cuve avec la solution pour essai et mesurer l'absorbance par rapport au solvant utilisé pour la dilution à l'aide du spectromètre (6.3), sur la plage de longueurs d'onde comprise entre 220 nm et 360 nm. Procéder de façon continue ou à des intervalles de 1 nm ou 2 nm, en réduisant les intervalles à 0,5 nm dans les régions d'absorbance maximale et minimale.

NOTE Il n'est pas forcément nécessaire de mesurer l'absorbance sur toute la plage de longueurs d'onde.

Si la valeur d'absorbance obtenue dépasse 0,8, diluer la solution pour essai de façon appropriée et répéter la détermination.

10 Expression des résultats

10.1 Extinction spécifique (coefficients d'extinction) à une longueur d'onde spécifique

L'extinction spécifique, K_{λ} , (coefficient d'extinction) à une longueur d'onde spécifique, λ , est calculée comme suit:

$$K_{\lambda} = \frac{E_{\lambda}}{c \cdot s}$$

où

E_{λ} est l'extinction mesurée à la longueur d'onde λ ;

c est la concentration de la solution, en grammes pour 100 ml;

s est l'épaisseur de la cuve, en centimètres.

Exprimer les résultats à deux décimales près.

10.2 Variation de l'extinction spécifique, ΔK

Conformément au règlement (CEE) N° 2568/91^[6] de la commission, l'analyse spectrophotométrique de l'huile d'olive comprend également la détermination de la variation de l'extinction spécifique, ΔK , donnée par:

$$\Delta K = K_m - \frac{K_{m-4} + K_{m+4}}{2}$$

où K_m est l'extinction spécifique à la longueur d'onde m , longueur d'onde pour l'absorption maximale dépendant du solvant utilisé.

Les résultats de cette détermination sont exprimés à deux décimales près.

11 Fidélité

11.1 Essai interlaboratoires

Les détails d'un essai interlaboratoires sont résumés dans l'Annexe A. Les valeurs provenant de cet essai interlaboratoires peuvent ne pas s'appliquer à des gammes de concentration autres que celles indiquées.

11.2 Répétabilité

La différence absolue entre deux résultats d'essai individuels indépendants, obtenus avec la même méthode sur un matériau identique soumis à essai dans le même laboratoire par le même opérateur utilisant le même équipement dans un court intervalle de temps, ne sera pas supérieure, dans plus de 5 % des cas, à la limite de répétabilité, r .

11.3 Reproductibilité

ISO 3656:2011

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/450b40f6-8f12-4273-a086-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/450b40f6-8f12-4273-a086-5561c03268a7/iso-3656-2011)

La différence absolue entre deux résultats d'essai individuels, obtenus avec la même méthode sur un matériau identique soumis à essai dans différents laboratoires par différents opérateurs utilisant différents équipements, ne sera pas supérieure, dans plus de 5 % des cas, à la limite de reproductibilité, R .

12 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir au moins les informations suivantes:

- a) toutes les informations nécessaires à l'identification complète de l'échantillon;
- b) la méthode d'échantillonnage utilisée, si elle est connue;
- c) la méthode d'essai utilisée, avec la référence à la présente Norme internationale (ISO 3656:2011);
- d) tous les détails opératoires non spécifiés dans la présente Norme internationale, ou considérés comme facultatifs, ainsi que les détails relatifs aux incidents éventuels susceptibles d'avoir influé sur le (les) résultat(s) d'essai;
- e) le (les) résultat(s) d'essai obtenu(s);
- f) si la répétabilité a été vérifiée, le résultat final cité qui a été obtenu.

Annexe A (informative)

Résultats de l'essai interlaboratoires

Un essai interlaboratoires a été effectué en 2009 conformément à l'ISO 5725-1^[3] et l'ISO 5725-2^[4] par le Conseil oléicole international. Un total de 22 laboratoires de sept pays y ont participé. Les résultats sont résumés dans les Tableaux A.1 à A.6.

Tableau A.1 — Extinction UV à 232 nm dans l'isooctane

| Paramètre | Échantillon | | | | |
|--|-------------|-------|-------|-------|-------|
| | A | B | C | D | E |
| Nombre de laboratoires participants, n_p | 21 | 22 | 22 | 22 | 22 |
| Nombre de laboratoires retenus après élimination des valeurs aberrantes, n_p | 20 | 18 | 18 | 21 | 17 |
| Nombre de résultats d'essai dans tous les laboratoires, n_t | 40 | 36 | 36 | 42 | 34 |
| Extinction spécifique moyenne à 232 nm, \bar{K}_{232} | 1,763 | 2,104 | 3,805 | 3,847 | 2,817 |
| Écart-type de répétabilité, s_r | 0,026 | 0,013 | 0,016 | 0,036 | 0,019 |
| Coefficient de variation de la répétabilité, $C_{V,r}$, % | 1,5 | 0,6 | 0,4 | 0,9 | 0,7 |
| Limite de répétabilité, r | 0,072 | 0,035 | 0,043 | 0,101 | 0,054 |
| Écart-type de reproductibilité, s_R | 0,077 | 0,069 | 0,016 | 0,036 | 0,069 |
| Coefficient de variation de la reproductibilité, $C_{V,R}$, % | 4,4 | 3,3 | 4,6 | 5,5 | 2,5 |
| Limite de reproductibilité, R | 0,216 | 0,194 | 0,488 | 0,582 | 0,194 |

Tableau A.2 — Extinction UV à 232 nm dans le cyclohexane

| Paramètre | Échantillon | | | | |
|--|-------------|-------|-------|-------|-------|
| | A | B | C | D | E |
| Nombre de laboratoires participants, n_p | 21 | 21 | 21 | 21 | 21 |
| Nombre de laboratoires retenus après élimination des valeurs aberrantes, n_p | 18 | 20 | 20 | 21 | 21 |
| Nombre de résultats d'essai dans tous les laboratoires, n_t | 36 | 40 | 40 | 42 | 42 |
| Extinction spécifique moyenne à 232 nm, \bar{K}_{232} | 1,758 | 2,122 | 3,827 | 3,863 | 2,789 |
| Écart-type de répétabilité, s_r | 0,025 | 0,022 | 0,042 | 0,041 | 0,033 |
| Coefficient de variation de la répétabilité, $C_{V,r}$, % | 1,4 | 1,0 | 1,1 | 1,1 | 1,2 |
| Limite de répétabilité, r | 0,070 | 0,060 | 0,119 | 0,113 | 0,093 |
| Écart-type de reproductibilité, s_R | 0,049 | 0,073 | 0,151 | 0,138 | 0,100 |
| Coefficient de variation de la reproductibilité, $C_{V,R}$, % | 2,8 | 3,4 | 4,0 | 3,6 | 3,6 |
| Limite de reproductibilité, R | 0,138 | 0,204 | 0,424 | 0,386 | 0,279 |