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

*Animal and vegetable fats and oils — Determination of
saponification value*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 3657:2013](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ef2a435d-910a-4c92-94ed-4a8d67739852/iso-3657-2013)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ef2a435d-910a-4c92-94ed-4a8d67739852/iso-3657-2013>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3657:2013

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ef2a435d-910a-4c92-94ed-4a8d67739852/iso-3657-2013>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2013

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, 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, l'affichage sur l'internet ou sur un Intranet, sans autorisation écrite préalable. Les demandes d'autorisation peuvent être adressées à l'ISO à l'adresse ci-après ou au 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

Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principe	1
5 Réactifs	1
6 Appareillage	2
7 Échantillonnage	2
8 Préparation de l'échantillon pour essai	2
9 Mode opératoire	3
9.1 Prise d'essai.....	3
9.2 Détermination.....	3
9.3 Essai à blanc.....	3
10 Expression des résultats	3
11 Fidélité	4
11.1 Résultats de l'essai interlaboratoires.....	4
11.2 Répétabilité.....	4
11.3 Reproductibilité.....	4
12 Rapport d'essai	4
Annexe A (informative) Résultats d'un essai interlaboratoires	5
Annexe B (informative) Calcul de l'indice de saponification à partir des données sur la composition des acides gras	6
Bibliographie	10

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 procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/CEI, Partie 1. Il convient, en particulier, de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2, www.iso.org/directives.

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. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou sur la liste ISO des déclarations de brevets reçues, www.iso.org/brevets.

Les éventuelles appellations commerciales utilisées dans le présent document sont données pour information à l'intention des utilisateurs et ne constituent pas une approbation ou une recommandation.

Le comité chargé de l'élaboration du présent document est l'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 3657:2002), qui a fait l'objet d'une révision technique.

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

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination de l'indice de saponification des corps gras d'origines animale et végétale. L'indice de saponification est une caractéristique des acides gras libres et estérifiés présents dans les corps gras et acides gras.

La méthode est applicable aux corps gras d'origines végétale et animale raffinés et bruts.

En présence d'acides minéraux, les résultats donnés par cette méthode ne sont plus interprétables si l'on ne dose pas séparément l'acidité minérale.

L'indice de saponification peut également être calculé à partir des données de composition en acides gras obtenues par chromatographie en phase gazeuse, selon l'[Annexe B](#). Pour effectuer ce calcul, il est nécessaire de s'assurer que l'échantillon ne contient aucune impureté importante et qu'il n'est pas dégradé thermiquement.

2 Références normatives

Les documents suivants, en tout ou partie, sont référencés de manière normative dans le présent document et sont indispensables pour son application. 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 3657:2013
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ef2a435d-910a-4c92-94ed-17276767150e/iso-3657-2013>
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 saponification

nombre de milligrammes d'hydroxyde de potassium nécessaires pour saponifier 1 g du produit soumis à essai

Note 1 à l'article: L'indice de saponification est une quantité dépourvue d'unité. L'abréviation communément utilisée est IS.

4 Principe

Saponification de l'échantillon pour essai par ébullition à reflux avec une solution éthanolique d'hydroxyde de potassium, puis titrage de l'excès d'hydroxyde de potassium par une solution titrée d'acide chlorhydrique.

5 Réactifs

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau distillée ou déminéralisée de pureté équivalente.

5.1 Éthanol, ayant une fraction volumique, $\varphi = 95$ %.

5.2 Hydroxyde de potassium, solution $c(\text{KOH}) = 0,5 \text{ mol/l}$ dans l'éthanol.

Cette solution doit être incolore ou jaune paille. Une solution stable et incolore peut être obtenue selon l'un des modes opératoires suivants.

- a) Faire bouillir à reflux 1 l d'éthanol (5.1) avec 8 g d'hydroxyde de potassium et 5 g de copeaux d'aluminium pendant 1 h, puis distiller immédiatement. Dissoudre dans le distillat la quantité requise d'hydroxyde de potassium (environ 35 g). Laisser reposer pendant plusieurs jours, puis décanté le liquide clair surnageant dans un flacon en verre brun pour le séparer du carbonate de potassium déposé.
- b) Ajouter 4 g de *tert*-butylate d'aluminium à 1 l d'éthanol et laisser le mélange reposer pendant plusieurs jours. Décanté le liquide surnageant et dissoudre dans ce liquide la quantité requise d'hydroxyde de potassium. Laisser reposer pendant plusieurs jours, puis décanté le liquide clair surnageant dans un flacon en verre brun pour le séparer du carbonate de potassium déposé.

5.3 Acide chlorhydrique, solution titrée, $c(\text{HCl}) = 0,5 \text{ mol/l}$.

5.4 Solution de phénolphtaléine, $\rho = 0,1 \text{ g/100 ml}$ dans l'éthanol (5.1).

5.5 Solution de bleu alcalin 6B, $\rho = 2,5 \text{ g/100 ml}$ dans l'éthanol (5.1).

5.6 Régularisateurs d'ébullition.

6 Appareillage

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

6.1 Fiole conique, de capacité 250 ml, en verre résistant aux alcalis, à col rodé.

6.2 Réfrigérant à reflux, avec rodage en verre adaptable à la fiole conique (6.1).

6.3 Dispositif de chauffage (par exemple bain d'eau, plaque électrique chauffante ou tout autre appareil approprié). Ne pas utiliser de flamme nue.

6.4 Burette, de capacité 50 ml, graduée en divisions de 0,1 ml, ou **burette automatique**.

6.5 Pipette, de capacité 25 ml, ou **pipette automatique**.

6.6 Balance analytique, ayant une précision de lecture de 0,000 1 g et permettant de peser à 0,001 g près.

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.

Il est important que le laboratoire reçoive un échantillon réellement représentatif, n'ayant pas été endommagé ou modifié pendant le transport ou l'entreposage.

8 Préparation de l'échantillon pour essai

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

Mélanger soigneusement les échantillons pour essai et les filtrer s'il y a des impuretés visibles. Si la filtration est nécessaire, le rapport d'essai doit en faire mention.

9 Mode opératoire

9.1 Prise d'essai

Peser, à 5 mg près, environ 2 g de l'échantillon pour essai ([Article 8](#)) dans une fiole conique ([6.1](#)).

La prise d'essai de 2 g a été déterminée sur la base d'indices de saponification de 170 à 200. Pour d'autres indices de saponification, il convient de modifier la masse de façon à neutraliser la moitié environ de la solution éthanolique d'hydroxyde de potassium. Les recommandations concernant la masse de la prise d'essai sont données dans le [Tableau 1](#).

Tableau 1 — Masse de la prise d'essai

Indice de saponification prévu	Masse de la prise d'essai
150 à 200	2,2 g à 1,8 g
200 à 250	1,7 g à 1,4 g
250 à 300	1,3 g à 1,2 g
> 300	1,1 g à 1,0 g

9.2 Détermination

9.2.1 Ajouter à la prise d'essai, à l'aide d'une pipette ([6.5](#)), 25,0 ml de la solution éthanolique d'hydroxyde de potassium ([5.2](#)) et quelques régularisateurs d'ébullition ([5.6](#)). Relier le réfrigérant à reflux ([6.2](#)) à la fiole, placer la fiole sur le dispositif de chauffage ([6.3](#)) et faire bouillir doucement, en agitant de temps en temps, pendant 60 min, sauf pour les corps gras à point de fusion élevé, difficiles à saponifier, pour lesquels le temps d'ébullition doit être de 2 h.

9.2.2 Ajouter, à la solution chaude, de 0,5 ml à 1 ml de la solution de phénolphtaléine ([5.4](#)) et titrer avec la solution titrée d'acide chlorhydrique ([5.3](#)) jusqu'à disparition de la couleur rose de l'indicateur. Si la solution est fortement colorée, utiliser 0,5 ml à 1 ml de solution de bleu alcalin 6B ([5.5](#)).

9.3 Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc selon le mode opératoire spécifié en [9.2](#), en utilisant également 25,0 ml de la solution éthanolique d'hydroxyde de potassium ([5.2](#)), mais en omettant la prise d'essai.

10 Expression des résultats

L'indice de saponification, I_s , est donné par l'équation:

$$I_s = \frac{(V_0 - V_1) \times c \times 56,1}{m}$$

où

V_0 est le volume, en millilitres, de la solution titrée d'acide chlorhydrique ([5.3](#)), utilisée pour l'essai à blanc;

V_1 est le volume, en millilitres, de la solution titrée d'acide chlorhydrique ([5.3](#)) utilisée pour la détermination;

c est la concentration exacte, en moles par litre, de la solution titrée d'acide chlorhydrique ([5.3](#));

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai ([9.1](#)).

Prendre comme résultat la moyenne arithmétique des deux déterminations, si les conditions de répétabilité ([Article 11](#)) sont remplies.

Donner le résultat sous forme de nombre entier.

11 Fidélité

11.1 Résultats de l'essai interlaboratoires

Un essai interlaboratoires, effectué en 2000 au niveau international par le DIN, et auquel ont participé 22 laboratoires, dont chacun a effectué deux déterminations sur chaque échantillon, a donné les résultats statistiques (évalués conformément à l'ISO 5725-1^[2] et à l'ISO 5725-2^[3]) présentés dans [Tableau A.1](#).

11.2 Répétabilité

La différence absolue entre deux résultats d'essai individuels indépendants obtenus avec la même méthode, sur le même matériau d'essai, dans un même laboratoire et par un même opérateur utilisant le même appareillage dans un court intervalle de temps, ne dépassera la limite de répétabilité r indiquée dans le [Tableau A.1](#) que dans 5 % des cas au plus.

11.3 Reproductibilité

La différence absolue entre deux résultats d'essai individuels, obtenus avec la même méthode, sur le même matériau d'essai, dans différents laboratoires, par différents opérateurs n'utilisant pas le même appareillage, ne dépassera la limite de reproductibilité R indiquée dans le [Tableau A.1](#) que dans 5 % des cas au plus.

12 Rapport d'essai

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

- a) tous les renseignements nécessaires à l'identification complète de l'échantillon;
- b) la méthode d'échantillonnage utilisée, si elle est connue,
- c) une mention indiquant si la filtration de (des) l'échantillon(s) pour essai a été nécessaire;
- d) la méthode d'essai utilisée, avec référence à la présente Norme internationale (ISO 3657:2013);
- e) la solution indicatrice utilisée ([5.4](#) ou [5.5](#));
- f) tous les détails opératoires non spécifiés dans la présente Norme internationale, ou considérés comme facultatifs, et des précisions concernant d'éventuels incidents susceptibles d'avoir influé sur le résultat d'essai;
- g) le ou les résultats d'essai obtenus ou, en cas de vérification de la répétabilité, le résultat final indiqué.

Annexe A (informative)

Résultats d'un essai interlaboratoires

Un essai interlaboratoires auquel ont participé 22 laboratoires de huit pays a été effectué sur les cinq échantillons suivants.

A = huile de coco

B = huile de palme

C = huile de colza

D = huile aux triglycérides à chaîne moyenne (TCM)

E = mélange en volume à 60 % de A et 40 % de D

L'essai a été organisé en 2000 par le DIN, et les résultats obtenus ont été soumis à une analyse statistique conformément à l'ISO 5725-2^[3] qui a donné les données de fidélité indiquées dans le [Tableau A.1](#).

Tableau A.1 — Récapitulatif des résultats statistiques

Paramètre	Huile de colza	Huile de palme	Huile de coco	60 % A + 40 % D	Huile de TCM
Nombre de laboratoires participants (<i>N</i>)	22	22	22	22	20
Nombre de laboratoires retenus après élimination des valeurs aberrantes (<i>n</i>)	19	17	20	18	16
Nombre de résultats d'essai individuels de tous les laboratoires sur chaque échantillon (<i>z</i>)	38	34	40	36	32
Valeur moyenne (\bar{I}_s)	190,2	199,5	256,8	287,5	334,1
Écart-type de répétabilité (s_r)	0,7	0,6	0,7	0,7	1,4
Coefficient de variation de la répétabilité ($C_{V,r}$), %	0,4	0,3	0,3	0,2	0,4
Limite de répétabilité (<i>r</i>)	1,1	0,8	0,8	0,6	1,6
Écart-type de reproductibilité (s_R)	1,8	2,0	4,2	2,4	2,9
Coefficient de variation de la reproductibilité ($C_{V,R}$), %	0,9	1,0	1,6	0,8	0,9
Limite de reproductibilité (<i>R</i>)	2,5	2,8	4,5	2,2	2,5