

---

---

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

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

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

[ISO 3961:2013](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e88291b7-96bd-4080-ace7-73de47a097e1/iso-3961-2013)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e88291b7-96bd-4080-ace7-73de47a097e1/iso-3961-2013>



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

[ISO 3961:2013](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e88291b7-96bd-4080-ae7-73de47a097e1/iso-3961-2013)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e88291b7-96bd-4080-ae7-73de47a097e1/iso-3961-2013>



### 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](mailto:copyright@iso.org)  
Web [www.iso.org](http://www.iso.org)

Publié en Suisse

## Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
<b>1</b> <b>Domaine d'application</b> .....	<b>1</b>
<b>2</b> <b>Références normatives</b> .....	<b>1</b>
<b>3</b> <b>Termes et définitions</b> .....	<b>1</b>
<b>4</b> <b>Principe</b> .....	<b>1</b>
<b>5</b> <b>Réactifs</b> .....	<b>1</b>
<b>6</b> <b>Appareillage</b> .....	<b>2</b>
<b>7</b> <b>Échantillonnage</b> .....	<b>2</b>
<b>8</b> <b>Préparation de l'échantillon pour essai et de la prise d'essai</b> .....	<b>2</b>
<b>9</b> <b>Mode opératoire</b> .....	<b>3</b>
<b>10</b> <b>Calcul</b> .....	<b>4</b>
<b>11</b> <b>Fidélité</b> .....	<b>4</b>
11.1    Essai interlaboratoires.....	4
11.2    Limite de répétabilité, <i>r</i> .....	4
11.3    Limite de reproductibilité, <i>R</i> .....	5
<b>12</b> <b>Rapport d'essai</b> .....	<b>5</b>
<b>Annexe A</b> (informative) <b>Essai interlaboratoires</b> .....	<b>6</b>
<b>Annexe B</b> (informative) <b>Indice d'iode calculé pour les huiles autres que l'huile de poisson</b> .....	<b>8</b>
<b>Bibliographie</b> .....	<b>10</b>

ISO 3961:2013

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e88291b7-96bd-4080-ace7-73de47a097e1/iso-3961-2013>

## 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](http://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](http://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 cinquième édition annule et remplace la quatrième édition (ISO 3961:2009), qui a fait l'objet d'une révision technique.

ISO 3961:2013  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e88291b7-96bd-4080-acc7-73de47a097e1/iso-3961-2013>

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

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de référence pour la détermination de l'indice d'iode (communément appelé II dans le secteur industriel) des huiles et graisses d'origines animale et végétale, désignées ci-après par le terme corps gras.

L'[Annexe B](#) décrit une méthode de calcul de l'II à partir de données relatives à la composition en acides gras. Cette méthode ne s'applique pas aux huiles de poisson. Par ailleurs, les huiles végétales issues de pression à froid, brutes et non raffinées ainsi que les huiles (partiellement) hydrogénées peuvent donner des résultats différents selon les deux méthodes. L'II calculé est affecté par les impuretés et les produits de dégradation thermique.

NOTE La méthode en [Annexe B](#) est fondée sur la méthode officielle Cd 1c-85 de l'AOCSS<sup>[9]</sup>.

## 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 661, *Corps gras d'origines animale et végétale — Préparation de l'échantillon pour essai*  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e88291b7-96bd-4080-acc7-73de47a097e1/iso-3961-2013>

## 3 Termes et définitions

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

### 3.1

#### indice d'iode

#### II

masse d'halogène, exprimée sous forme d'iode, absorbée par la prise d'essai selon le mode opératoire spécifié, divisée par la masse de la prise d'essai

Note 1 à l'article: L'II est exprimé en grammes pour 100 g de corps gras.

## 4 Principe

Dissolution d'une prise d'essai dans du solvant et addition de réactif de Wijs. Après un temps donné, addition d'iodure de potassium et d'eau, et titrage de l'iode libéré par une solution de thiosulfate de sodium.

NOTE L'[Annexe B](#) décrit une méthode de calcul de l'II à partir de données relatives à la composition en acides gras. Toutefois, il ne s'agit pas d'une méthode rapide. La méthode permet d'obtenir deux résultats à partir d'un seul mode opératoire analytique. La méthode volumique est la méthode de référence.

## 5 Réactifs

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue.

**AVERTISSEMENT — L'attention est attirée sur les réglementations qui spécifient la manipulation des substances dangereuses. Les mesures de sécurité d'ordre technique, organisationnel et**

**personnel doivent être respectées. Le réactif de Wijs provoque des brûlures graves; ses vapeurs peuvent entraîner des lésions pulmonaires et oculaires. Une hotte aspirante doit être utilisée pendant le travail.**

**5.1 Eau**, conforme à l'ISO 3696[4], qualité 3.

**5.2 Iodure de potassium**, solution ayant une concentration en masse  $\rho(\text{KI}) = 100 \text{ g/l}$ , exempte d'iodate et d'iode libre.

**5.3 Solution d'amidon**. Mélanger 5 g d'amidon soluble avec 30 ml d'eau (5.1) et ajouter ce mélange à 1 000 ml d'eau bouillante. Faire bouillir pendant 3 min, puis laisser refroidir. Préparer une nouvelle solution d'amidon chaque jour.

**5.4 Thiosulfate de sodium**, solution titrée, de concentration en substance  $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3, 5\text{H}_2\text{O}) = 0,1 \text{ mol/l}$ , titrée dans les 7 jours au plus précédant l'emploi.

**5.5 Solvant**, préparé en mélangeant un volume de cyclohexane (50 ml) et un volume d'acide acétique glacial (50 ml), selon des fractions volumiques  $\varphi = 50 \text{ ml}/100 \text{ ml}$ .

**5.6 Réactif de Wijs**, contenant du monochlorure d'iode dans de l'acide acétique. Le rapport I/Cl du réactif de Wijs doit se situer dans les limites de  $1,10 \pm 0,1$ . Le réactif de Wijs est sensible à la température, à l'humidité et à la lumière. Conserver à l'abri de la lumière et à une température inférieure à 30 °C.

Utiliser un réactif de Wijs disponible dans le commerce. Respecter la durée de conservation limite du réactif.

## 6 Appareillage

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

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

**6.1 Nacelles en verre**, appropriées à la prise d'essai et pouvant être placées dans les fioles (6.2).

**6.2 Fioles coniques**, de 500 ml de capacité, munies de bouchons rodés en verre et sans aucune trace d'humidité.

**6.3 Balance analytique**, précision de lecture de 0,000 1 g et précision de pesage de 0,001 g.

**6.4 Fiole jaugée**, de 1 000 ml de capacité, ISO 1042[3], classe A.

**6.5 Pipette**, de 25 ml de capacité, automatique, ISO 8655-2[7] ou ISO 648[2], classe A, équipée d'un réservoir d'aspiration.

**6.6 Burette**, 25 ml et 50 ml de capacité, graduée en divisions de 0,1 ml, ISO 385[1], classe A, ou auto-titrateur, ISO 8655-3[8], comme alternative.

## 7 Échantillonnage

L'échantillonnage ne fait pas partie de la méthode spécifiée dans la présente Norme internationale. Une méthode d'échantillonnage recommandée est indiquée dans l'ISO 5555[5].

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 et de la prise d'essai

Préparer l'échantillon conformément à la méthode décrite dans l'ISO 661.

Selon l'II présumé pour l'échantillon, peser (6.3), à 0,001 g ou 0,000 5 g près, dans une nacelle en verre (6.1), la masse de la prise d'essai indiquée dans le Tableau 1.

Si l'on ne connaît pas l'II présumé, effectuer un essai préalable sur différentes prises d'essai. La masse de l'échantillon doit être telle qu'il y a un excès de réactif de Wijs d'environ 50 % à 60 % de la quantité ajoutée, c'est-à-dire de 100 % à 150 % de la quantité absorbée.

**Tableau 1 — Masse de la prise d'essai initiale (théorique) pour l'indice d'iode présumé**

Indice d'iode présumé	Masse initiale pour un excès de 150 %	Masse initiale pour un excès de 100 %	Précision de la masse initiale	Mélange de solvants
	g	g	g	ml
< 3	10	10	0,001	25
3	8,461	10,576	0,001	25
5	5,077	6,346	0,001	25
10	2,538	3,173	0,001	20
20	0,846	1,586	0,001	20
40	0,634	0,793	0,001	20
60	0,432	0,529	0,001	20
80	0,317	0,397	0,001	20
100	0,254	0,317	0,000 5	20
120	0,212	0,264	0,000 5	20
140	0,181	0,227	0,000 5	20
160	0,159	0,198	0,000 5	20
180	0,141	0,176	0,000 5	20
200	0,127	0,159	0,000 5	20

ISO 3961:2013

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e88291b7-96bd-4080-acc7-73de47a097e1/iso-3961-2013>

## 9 Mode opératoire

**9.1** Placer la nacelle en verre contenant la prise d'essai dans une fiole conique de 500 ml (6.2) et ajouter le volume de solvant (5.5) indiqué dans le Tableau 1. À l'aide d'une pipette (6.5), ajouter 25,00 ml de réactif de Wijs (5.6). Boucher la fiole, la remuer en tournant pour homogénéiser son contenu et la placer dans l'obscurité.

Faire fondre et dissoudre les corps gras ayant un II de 20 ou moins (corps gras durs ou hydrogénés) dans un solvant chaud (60 °C). Il est également recommandé de chauffer toutes les fioles et tous les réactifs avant emploi. Utiliser des récipients fermés pour éviter toute évaporation et toute variation de concentration lors du chauffage des réactifs.

NOTE La nacelle reste dans la fiole.

### ATTENTION — Ne pas pipetter le réactif de Wijs à la bouche.

**9.2** Préparer un blanc avec le solvant et le réactif comme en 9.1, mais en omettant la prise d'essai.

**9.3** Pour les échantillons ayant un II inférieur à 150, laisser les fioles dans l'obscurité pendant 1 h. Pour les échantillons ayant un II supérieur à 150, et pour les produits polymérisés et les huiles contenant des acides gras à doubles liaisons conjuguées (telles que l'huile de tung, l'huile de ricin déshydratée) et toutes les huiles contenant des acides gras cétoniques (telles que certaines huiles de ricin hydrogénées) et les produits fortement oxydés, laisser les fioles dans l'obscurité pendant 2 h.

**9.4** Après le temps de réaction (9.3), ajouter 20 ml de la solution d'iodure de potassium (5.2) et 150 ml d'eau (5.1). Titrer avec la solution étalon de thiosulfate de sodium (5.4) jusqu'à ce que la couleur jaune due à l'iode ait presque disparu. Ajouter quelques gouttes de la solution d'empois d'amidon (5.3) et poursuivre le titrage jusqu'au moment où la couleur bleue disparaît après avoir agité vigoureusement.

Noter le volume,  $V_2$ , de solution de thiosulfate de sodium nécessaire pour atteindre le point de virage. Noter qu'il est admis de déterminer le point de virage par potentiométrie.

9.5 Effectuer simultanément la détermination en utilisant la solution à blanc (9.2). Lors de la détermination du blanc, en 9.4, noter le volume  $V_1$  de solution de thiosulfate de sodium nécessaire pour atteindre le point de virage.

## 10 Calcul

Calculer l'indice d'iode (communément appelé II dans le secteur industriel), en grammes pour 100 g de corps gras, à l'aide de la formule suivante.

$$w_I = \frac{12,69 \times c (V_1 - V_2)}{m}$$

où

- $c$  est la concentration, en moles par litre, de la solution de thiosulfate de sodium (5.4);
- $V_1$  est le volume, en millilitres, de la solution de thiosulfate de sodium utilisée pour l'essai à blanc;
- $V_2$  est le volume, en millilitres, de la solution de thiosulfate de sodium utilisée pour la détermination;
- $m$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai.

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

Arrondir les résultats comme indiqué dans le [Tableau 2](#).

ISO 3961:2013

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sis/e88291b7-96bd-4080-acc7-73de47a097e1/iso-3961-2013>  
**Tableau 2 — Arrondissement des résultats**

II g/100 g	Arrondi à
≤60	0,1
>60	1

## 11 Fidélité

### 11.1 Essai interlaboratoires

Les détails d'un essai interlaboratoires relatif à la fidélité de la méthode sont résumés dans l'[Annexe A](#). Les valeurs provenant de cet essai interlaboratoires peuvent ne pas être applicables à des plages de concentration et à des matrices autres que celles indiquées.

### 11.2 Limite de répétabilité, $r$

La limite de répétabilité,  $r$ , est la valeur au-dessous ou au niveau de laquelle est située, avec une probabilité de 95 %, la valeur absolue de la différence entre deux résultats d'essais, obtenus dans des conditions de répétabilité.

Les conditions de répétabilité sont des conditions où les résultats d'essai indépendants sont obtenus à l'aide de la même méthode, sur un matériau d'essai identique soumis à essai dans le même laboratoire, par le même opérateur utilisant le même équipement dans un court intervalle de temps.



### 11.3 Limite de reproductibilité, $R$

La limite de reproductibilité,  $R$ , est la valeur au-dessous ou au niveau de laquelle est située, avec une probabilité de 95 %, la valeur absolue de la différence entre deux résultats d'essais, obtenus dans des conditions de reproductibilité.

Les conditions de reproductibilité sont des conditions où les résultats d'essai indépendants sont obtenus à l'aide de la même méthode, sur un matériau d'essai identique soumis à essai dans différents laboratoires, par différents opérateurs utilisant différents équipements dans un court intervalle de temps.

## 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, et la référence à la présente Norme internationale (ISO 3961:2013);
- d) tous les détails de mode opératoire non spécifiés dans la présente Norme internationale, ou considérés comme facultatifs, ainsi que les détails de tous les incidents susceptibles d'avoir influencé le(s) résultat(s) d'essai;
- e) le(s) résultat(s) d'essai obtenu(s);
- f) si la répétabilité a été vérifiée, le résultat final obtenu.

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**  
  
ISO 3961:2013  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e88291b7-96bd-4080-ace7-73de47a097e1/iso-3961-2013>