

ISO/TC 34/SC 11

Secrétariat: BSI

Début de vote:
2015-10-29

Vote clos le:
2015-12-29

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

Animal and vegetable fats and oils — Determination of anisidine value

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
Full standard:
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d6338537-f713-48ef-b3a6-4e2714cfa242/iso-6885-2016>

LES DESTINATAIRES DU PRÉSENT PROJET SONT INVITÉS À PRÉSENTER, AVEC LEURS OBSERVATIONS, NOTIFICATION DES DROITS DE PROPRIÉTÉ DONT ILS AURAIENT ÉVENTUELLEMENT CONNAISSANCE ET À FOURNIR UNE DOCUMENTATION EXPLICATIVE.

OUTRE LE FAIT D'ÊTRE EXAMINÉS POUR ÉTABLIR S'ILS SONT ACCEPTABLES À DES FINS INDUSTRIELLES, TECHNOLOGIQUES ET COMMERCIALES, AINSI QUE DU POINT DE VUE DES UTILISATEURS, LES PROJETS DE NORMES INTERNATIONALES DOIVENT PARFOIS ÊTRE CONSIDÉRÉS DU POINT DE VUE DE LEUR POSSIBILITÉ DE DEVENIR DES NORMES POUVANT SERVIR DE RÉFÉRENCE DANS LA RÉGLEMENTATION NATIONALE.

Veillez consulter les notes administratives en page iii



Numéro de référence
ISO/FDIS 6885:2015(F)

TRAITEMENT PARALLÈLE ISO/CEN

Le présent projet final a été élaboré dans le cadre de l'Organisation internationale de normalisation (ISO) et soumis selon le mode de collaboration **sous la direction de l'ISO**, tel que défini dans l'Accord de Vienne. Le projet final a été établi sur la base des observations reçues lors de l'enquête parallèle sur le projet.

Le projet final est par conséquent soumis aux comités membres de l'ISO et aux comités membres du CEN en parallèle à un vote d'approbation de deux mois au sein de l'ISO et à un vote formel au sein du CEN.

Les votes positifs ne doivent pas être accompagnés d'observations.

Les votes négatifs doivent être accompagnés des arguments techniques pertinents.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
Full standard:
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d6338593-f713-48ef-b3a6-4e2714cfa242/iso-6885-2016>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2015, Publié en Suisse

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
Ch. de Blandonnet 8 • CP 401
CH-1214 Vernier, Geneva, Switzerland
Tel. +41 22 749 01 11
Fax +41 22 749 09 47
copyright@iso.org
www.iso.org

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 et préparation de la solution d'essai.....	3
9.2 Solution d'essai non soumise à réaction.....	3
9.3 Solution d'essai soumise à réaction.....	3
9.4 Essai à blanc.....	3
9.5 Mesurage spectrométrique.....	3
9.6 Plage d'absorbance.....	4
10 Expression des résultats	4
11 Fidélité	4
11.1 Essais interlaboratoires.....	4
11.2 Répétabilité.....	5
11.3 Reproductibilité.....	5
12 Rapport d'essai	5
Annexe A (informative) Résultats de l'essai interlaboratoires	6
Bibliographie	7

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 (IEC) 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/IEC, 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/IEC, Partie 2 (voir 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 dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'OMC concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: [Avant-propos — Informations supplémentaires](#).

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 6885:2006), qui a fait l'objet d'une révision technique dans laquelle l'équation de l'[Article 10](#) a été modifiée.

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

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination de l'indice d'anisidine qui correspond à un mesurage de la quantité d'aldéhydes (principalement des aldéhydes α , β insaturés) présents dans les corps gras d'origines animale et végétale.

Le lait et les produits laitiers (ou les corps gras issus du lait et des produits laitiers) sont exclus du domaine d'application de la présente Norme internationale.

2 Références normatives

Les documents ci-après, dans leur intégralité ou non, sont des références normatives indispensables à 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*

ISO 3696, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai*

3 Termes et définitions

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

3.1

indice d'anisidine

cent fois l'augmentation d'absorbance d'une solution d'essai, mesurée à une longueur d'onde de 350 nm dans une cuve de 10 mm, après réaction à la *p*-anisidine dans les conditions d'essai spécifiées dans la présente Norme internationale

Note 1 à l'article: L'indice d'anisidine est sans dimensions; il est calculé et indiqué sur la base de 1 g d'échantillon pour essai dans 100 ml d'un mélange de solvant et de réactif.

4 Principe

Préparation d'une solution d'essai dans l'isooctane (2,2,4-triméthylpentane). Réaction avec une solution de *p*-anisidine dans l'acide acétique et mesurage de l'augmentation de l'absorbance à 350 nm. Calcul de l'indice d'anisidine.

5 Réactifs

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau de qualité 3 conforme à l'ISO 3696.

5.1 Sulfate de sodium (Na_2SO_4), anhydre.

5.2 Isooctane (2,2,4-triméthylpentane), présentant une absorbance ne dépassant pas 0,01 par rapport à l'eau dans le domaine de longueurs d'onde compris entre 300 nm et 380 nm.

5.3 4-Méthoxyaniline (*p*-anisidine), en cristaux anhydres de couleur crème.

AVERTISSEMENT — La *p*-anisidine étant toxique, on doit éviter tout contact de celle-ci avec la peau.

Conserver la *p*-anisidine à l'abri de la lumière entre 0 °C et 4 °C dans un flacon teinté.

Aucune coloration (grise ou rose) ne doit être observée, sinon, purifier la *p*-anisidine comme indiqué ci-après.

Dissoudre 4 g de *p*-anisidine dans 100 ml d'eau à 75 °C. Ajouter 0,5 g de sulfite de sodium (Na₂SO₃) et 2 g de charbon actif. Agiter pendant 5 min, puis filtrer sur un papier-filtre à filtration moyenne pour obtenir une solution limpide. Refroidir le filtrat à 0 °C et le laisser à cette température pendant au moins 4 h. Filtrer les cristaux, de préférence sous vide, et laver avec un petit volume d'eau à environ 0 °C. Sécher dans un dessiccateur sous vide garni d'un agent déshydratant efficace.

5.4 Acide acétique glacial, ayant une teneur en eau inférieure ou égale à 0,1 % (fraction massique).

5.5 Réactif à l'anisidine.

Le jour de l'utilisation, préparer la quantité minimale de réactif requise pour l'analyse, compte tenu de la toxicité du produit et de son temps de conservation limité. Par exemple, préparer 50 ml de réactif comme suit.

Dans une fiole jaugée de 50 ml, dissoudre 0,125 g de *p*-anisidine (5.3) dans de l'acide acétique glacial (5.4) puis diluer à la marque avec le même solvant, en évitant toute exposition à la lumière vive.

Vérifier l'absorbance par rapport à l'isooctane avant utilisation, et éliminer le réactif si la différence est supérieure à 0,2. Dans tous les cas, jeter tout réactif résiduel le jour de l'utilisation.

6 Appareillage

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

6.1 Spectromètre, à simple ou à double faisceau, équipé de cuves de 10 mm de parcours optique, convenant pour l'utilisation à une longueur d'onde de 350 nm.

En cas d'utilisation d'un spectromètre à double faisceau, il est recommandé d'utiliser une paire de cuves identiques de 10 mm.

6.2 Fioles jaugées, de 25 ml de capacité.

6.3 Tubes à essai, de 10 ml de capacité, munis de bouchons en verre rodé.

6.4 Pipettes, de 1 ml et de 5 ml de capacité, munies d'un dispositif d'aspiration de sécurité.

7 Échantillonnage

Il est recommandé que le laboratoire reçoive un échantillon réellement représentatif, non endommagé ou modifié lors du transport et de l'entreposage. L'échantillonnage ne fait pas partie de la méthode spécifiée dans la présente Norme internationale.

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.

8 Préparation de l'échantillon pour essai

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

Si la teneur en eau de l'échantillon est supérieure à 0,10 % (fraction massique), il convient de le sécher en utilisant le mode opératoire suivant.

Ajouter du sulfate de sodium (5.1) dans la proportion de 1 g à 2 g pour 10 g de l'échantillon soigneusement homogénéisé, à une température ne dépassant pas de plus de 10 °C le point de fusion dans le cas d'un corps gras solide. Agiter soigneusement et filtrer en maintenant la température pour éviter toute solidification.

Veiller à éviter toute prise d'humidité extérieure au cours du mode opératoire car celle-ci peut affecter l'équilibre de la réaction durant laquelle de l'eau est produite.

9 Mode opératoire

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

Peser directement dans une fiole jaugée de 25 ml, à 1 mg près, une masse suffisante de l'échantillon pour essai préparé (Article 8). Préchauffer les échantillons solides à 10 °C au-dessus de leur point de fusion. Dissoudre l'échantillon dans 5 ml à 10 ml d'isooctane (5.2) et compléter jusqu'à la marque avec le même solvant.

La quantité de prise d'essai dépend de la qualité de l'échantillon et des caractéristiques du spectromètre utilisé. Il convient de la choisir de façon à éviter des lectures proches des extrémités supérieure et inférieure de l'échelle. Elle est, en général, de 0,4 g à 4,0 g.

9.2 Solution d'essai non soumise à réaction

À l'aide d'une pipette (6.4), transférer 5 ml de la solution d'essai (9.1) dans un tube à essai (6.3). Ajouter 1 ml d'acide acétique glacial (5.4), boucher le tube et bien agiter. Conserver le tube à essai à l'abri de la lumière à une température de (23 ± 3) °C pendant 8 min.

Dans les 2 min qui suivent, transférer les solutions dans une cuve de spectromètre propre et sèche. Après un temps de réaction total de 10 min \pm 1 min, suivre le mode opératoire spécifié en 9.5.

9.3 Solution d'essai soumise à réaction

À l'aide d'une pipette (6.4), transférer 5 ml de la solution d'essai (9.1) dans un tube à essai (6.3). À l'aide d'une pipette (6.4), ajouter 1 ml du réactif à l'anisidine (5.5). Boucher le tube et bien agiter. Conserver le tube à essai à l'abri de la lumière à une température de (23 ± 3) °C pendant 8 min.

Dans les 2 min qui suivent, transférer les solutions dans une cuve de spectromètre propre et sèche. Après un temps de réaction total de 10 min \pm 1 min à partir de l'ajout du réactif à l'anisidine, suivre le mode opératoire spécifié en 9.5.

9.4 Essai à blanc

À l'aide d'une pipette (6.4), transférer 5 ml d'isooctane (5.2) dans un tube à essai (6.3). À l'aide d'une pipette (6.4), ajouter 1 ml du réactif à l'anisidine (5.5). Boucher le tube et bien agiter. Conserver le tube à essai à l'abri de la lumière à une température de (23 ± 3) °C pendant 8 min.

Dans les 2 min qui suivent, transférer les solutions dans une cuve de spectromètre propre et sèche. Après un temps de réaction total de 10 min \pm 1 min à partir de l'ajout du réactif à l'anisidine, suivre le mode opératoire spécifié en 9.5.

9.5 Mesurage spectrométrique

Ajuster le zéro d'absorption du spectromètre avec de l'isooctane (5.2) à 350 nm.

Mesurer les absorbances suivantes par rapport à l'isooctane (5.2):

- A_1 de la solution soumise à réaction (9.3),
- A_0 de la solution d'essai non soumise à réaction (9.2) et
- A_2 de l'essai à blanc (9.4).

9.6 Plage d'absorbance

Si l'absorbance mesurée A_1 de la solution soumise à réaction (9.3) n'est pas comprise dans la plage de 0,2 à 0,8, répéter la détermination (9.2 à 9.4) avec une quantité ajustée d'échantillon pour essai.

Si l'absorbance mesurée A_2 de l'essai à blanc dépasse 0,2, purifier le réactif à l'anisidine comme décrit en 5.3, et préparer un nouveau réactif à l'anisidine (5.5). Répéter cet essai avec le nouveau réactif à l'anisidine.

10 Expression des résultats

10.1 L'indice d'anisidine (AV) de l'échantillon est égal à

$$AV = \frac{100QV}{m} [1,2(A_1 - A_2 - A_0)]$$

où

- A_0 est l'absorbance de la solution d'essai non soumise à réaction (9.2);
- A_1 est l'absorbance de la solution soumise à réaction (9.3);
- A_2 est l'absorbance de l'essai à blanc (9.4);
- m est la masse de la prise d'essai, en grammes;
- Q est la teneur en échantillon de la solution mesurée sur la base de laquelle l'indice d'anisidine est exprimé, en grammes par millilitre ($Q = 0,01$ g/ml);
- V est le volume dans lequel l'échantillon pour essai est dissous, en millilitres ($V = 25$ ml);
- 1,2 est le facteur de correction pour la dilution de la solution d'essai avec 1 ml de réactif ou d'acide acétique glacial.

Exprimer les résultats avec une décimale.

10.2 Lors de l'évaluation de la dégradation oxydative d'une huile, il peut être utile de calculer l'indice d'oxydation totale ou «indice totox» (IT). Cet indice est calculé comme suit [l'indice de peroxyde (IP) étant exprimé en meq O_2 /kg]:

$$TV = (2 \times PV) + AV$$

11 Fidélité

11.1 Essais interlaboratoires

Les détails de deux essais interlaboratoires relatifs à la fidélité de la méthode sont résumés dans l'Annexe A. Les valeurs dérivées de ces essais interlaboratoires peuvent ne pas s'appliquer à d'autres plages et matrices que celles indiquées.

11.2 Répétabilité

La différence absolue entre deux résultats d'essais individuels indépendants, obtenus à l'aide de la même méthode sur un matériau identique soumis à l'essai dans le même laboratoire, par le même opérateur utilisant le même appareillage et dans un court intervalle de temps, n'est supérieure que dans 5 % des cas au plus à la valeur de r indiquée dans le [Tableau 1](#).

11.3 Reproductibilité

La différence absolue entre deux résultats d'essais individuels, obtenus à l'aide de la même méthode sur un matériau identique soumis à l'essai dans deux laboratoires différents, par des opérateurs différents utilisant des appareillages différents, n'est supérieure que dans 5 % des cas au plus à la valeur de R indiquée dans le [Tableau 1](#).

Tableau 1 — Limite de répétabilité (r) et limite de reproductibilité (R)

Indice d'anisidine	Domaine de variation	r	R
AV (moyenne de deux déterminations)	de 0 à 100	$0,034 AV + 0,31$	$0,19 AV + 1,41$

12 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit indiquer:

- tous les renseignements nécessaires à l'identification complète de l'échantillon;
- la méthode d'échantillonnage utilisée, si elle est connue;
- la méthode d'essai, avec une référence à la présente Norme internationale, à savoir ISO 6885;
- tous les détails opératoires non spécifiés dans la présente Norme internationale, ou considérés comme facultatifs, ainsi que les détails relatifs à tout incident éventuel susceptible d'avoir influé sur les résultats;
- les résultats d'essai obtenus;
- si la répétabilité a été vérifiée, le résultat final cité qui a été obtenu.