
**Corps gras d'origines animale et
végétale — Détermination de l'indice
de peroxyde — Détermination avec
point d'arrêt iodométrique**

*Animal and vegetable fats and oils — Determination of peroxide
value — Iodometric (visual) endpoint determination*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 3960:2017](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/da1d2d88-4deb-4d3e-8657-41a57468e389/iso-3960-2017)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/da1d2d88-4deb-4d3e-8657-41a57468e389/iso-3960-2017>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 3960:2017](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/da1d2d88-4deb-4d3e-8657-41a57468e389/iso-3960-2017)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/da1d2d88-4deb-4d3e-8657-41a57468e389/iso-3960-2017>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2017, 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
Introduction	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principe	2
5 Réactifs	2
6 Appareillage	3
7 Échantillonnage	4
8 Préparation de l'échantillon pour essai	4
9 Mode opératoire	4
9.1 Généralités.....	4
9.2 Préparation et détermination du titre de la solution étalon de thiosulfate de sodium 0,01 N.....	4
9.2.1 Préparation de la solution étalon de thiosulfate de sodium 0,01 N.....	4
9.2.2 Détermination du titre de la solution étalon de thiosulfate de sodium 0,01 N (détermination du facteur).....	5
9.3 Détermination de l'indice de peroxyde.....	5
10 Calcul et expression des résultats	6
11 Fidélité de la méthode	6
11.1 Essai interlaboratoires.....	6
11.2 Répétabilité.....	7
11.3 Reproductibilité.....	7
12 Rapport d'essai	7
Annexe A (informative) Résultats d'un essai interlaboratoires	8
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 (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.

(standards.iteh.ai)

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: www.iso.org/iso/avant-propos.html.

Le présent document a été élaboré par le comité technique 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 3960:2007), dont elle constitue une révision mineure afin d'exclure les corps gras issus du lait et des produits laitiers.

Introduction

Depuis de nombreuses années, diverses méthodes ont été élaborées afin de déterminer l'indice de peroxyde des corps gras. Le principe général de la plupart de ces méthodes est la libération d'iode par l'iodure de potassium en milieu acide. La méthode Wheeler s'est vue normalisée il y a plus de 50 ans par différents organismes de normalisation. Elle est actuellement beaucoup utilisée pour le contrôle des marchandises par les producteurs, les réceptionnaires et les laboratoires officiels. Les valeurs limites admises pour les indices de peroxyde sont souvent spécifiées dans les législations nationale et internationale relatives aux aliments (notamment le Codex Alimentarius). En raison d'anomalies dans la reproductibilité des résultats, de légères différences entre les méthodes normalisées ont pu être constatées. Il est très important de retenir que le résultat dépend de la quantité d'échantillon utilisée pour effectuer la détermination. Comme la détermination de l'indice de peroxyde (IP) est un mode opératoire éminemment empirique, l'ISO/TC 34/SC 11 a décidé de fixer la masse de l'échantillon à 5 g pour un IP supérieur à 1 et à 10 g pour un IP inférieur ou égal à 1, et de limiter l'applicabilité de cette méthode aux corps gras d'origines animale et végétale dont l'indice de peroxyde est compris entre 0 méq et 30 méq d'oxygène actif par kilogramme. Il convient que l'utilisateur du présent document sache que les résultats obtenus peuvent être légèrement inférieurs à ceux obtenus avec les précédentes normes.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 3960:2017](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/da1d2d88-4deb-4d3e-8657-41a57468e389/iso-3960-2017)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/da1d2d88-4deb-4d3e-8657-41a57468e389/iso-3960-2017>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3960:2017

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/da1d2d88-4deb-4d3e-8657-41a57468e389/iso-3960-2017>

Corps gras d'origines animale et végétale — Détermination de l'indice de peroxyde — Détermination avec point d'arrêt iodométrique

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode de détermination iodométrique de l'indice de peroxyde des corps gras d'origines animale et végétale par la détection visuelle de la fin du dosage. L'indice de peroxyde est une mesure de la quantité d'oxygène chimiquement lié à une huile ou un corps gras sous forme de peroxydes, en particulier d'hydroperoxydes.

Cette méthode s'applique à tous les corps gras d'origines animale et végétale, aux acides gras et à leurs mélanges pour des indices de peroxyde compris entre 0 méq et 30 méq (milliéquivalents) d'oxygène actif par kilogramme. Elle est également applicable aux margarines et matières grasses à tartiner de teneur en eau variable. La présente méthode ne convient pas pour les matières grasses présentes dans le lait; elle ne s'applique pas non plus aux lécithines.

Il convient de noter que l'indice de peroxyde est un paramètre dynamique dont la valeur dépend de l'historique de l'échantillon. En outre, la détermination de l'indice de peroxyde est un mode opératoire très empirique et l'indice obtenu dépend de la masse de l'échantillon. Il faut remarquer que, du fait de la masse d'échantillon spécifiée, les indices de peroxyde obtenus peuvent être légèrement inférieurs à ceux obtenus avec des masses d'échantillon plus faibles.

Le lait et les produits laitiers (ou les corps gras issus du lait et des produits laitiers) sont exclus du domaine d'application du présent document.

NOTE 1 Une méthode préférable pour la détermination iodométrique de l'indice de peroxyde pour les matières grasses présentes dans le lait est spécifiée dans l'ISO 3976.

NOTE 2 Une méthode de détermination potentiométrique de l'indice de peroxyde est donnée dans l'ISO 27107.

2 Références normatives

Les documents suivants cités dans le texte constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences 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

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

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>
- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <http://www.iso.org/obp>

3.1 indice de peroxyde IP

quantité de substances de l'échantillon, exprimée en termes d'oxygène actif, qui oxydent l'iodure de potassium dans les conditions spécifiées dans le présent document

Note 1 à l'article: L'indice de peroxyde est généralement exprimé en milliéquivalents (még) d'oxygène actif par kilogramme d'huile, mais il peut également être exprimé (en unités SI) en millimoles (mmol) d'oxygène actif par kilogramme d'huile. La valeur exprimée en millimoles d'oxygène actif par kilogramme représente la moitié de la valeur exprimée en milliéquivalent d'oxygène actif par kilogramme. L'indice de peroxyde (még d'oxygène actif par kilogramme) multiplié par la masse équivalente d'oxygène (égale à 8) est égal à la quantité d'oxygène actif exprimée en milligrammes par kilogramme d'huile.

4 Principe

Dissoudre l'échantillon d'essai dans de l'iso-octane et de l'acide acétique glacial, puis ajouter l'iodure de potassium. Déterminer visuellement l'iode libéré par les peroxydes, à l'aide d'un indicateur à l'amidon et d'une solution étalon de thiosulfate de sodium. Déterminer visuellement la fin du titrage.

5 Réactifs

AVERTISSEMENT — L'attention est appelée sur les réglementations nationales traitant de la manipulation des substances dangereuses ainsi que sur les obligations y afférentes de l'utilisateur. Des mesures de sécurité technique, organisationnelle et personnelle doivent être suivies.

Sauf indication contraire, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue. Tous les réactifs doivent être exempts d'oxygène dissous.

[ISO 3960:2017](https://standards.iteh.ai/standards/sist/da1d2d88-4deb-4d3e-8657-41a57468e389/iso-3960-2017)

5.1 Eau, déminéralisée, bouillie et refroidie à 20 °C.

5.2 Acide acétique glacial, fraction massique de 100 %; dégazé dans une cuve à ultrasons sous vide ou purgé sous courant de gaz inerte pur et sec (dioxyde de carbone ou azote).

5.3 Iso-octane, dégazé dans une cuve à ultrasons sous vide ou purgé sous courant de gaz inerte pur et sec (dioxyde de carbone ou azote).

5.4 Mélange d'acide acétique glacial/iso-octane, préparé en mélangeant 60 ml d'acide acétique glacial et 40 ml d'iso-octane (fraction volumique d'acide acétique glacial: $\varphi = 60$ ml/100 ml, fraction volumique d'iso-octane: $\varphi = 40$ ml/100 ml).

Le mélange est dégazé dans une cuve à ultrasons sous vide ou purgé sous courant de gaz inerte pur et sec (dioxyde de carbone ou azote).

5.5 Iodure de potassium, exempt d'iode et d'iodates.

5.6 Solution d'iodure de potassium saturée, concentration massique $\rho(\text{KI}) = 175$ g/100 ml.

Dissoudre environ 14 g d'iodure de potassium dans environ 8 g d'eau récemment portée à ébullition et revenue à température ambiante. Veiller à maintenir la solution à l'état saturé (cristaux non dissous). La conserver à l'abri de la lumière et en préparer une nouvelle chaque jour. Contrôler la solution par l'essai suivant: ajouter deux gouttes de solution d'amidon à 0,5 ml d'iodure de potassium dans 30 ml de solution d'acide acétique glacial/iso-octane (5.4). Si une couleur bleue apparaît et si plus d'une goutte de solution étalon de thiosulfate de sodium (5.7) est nécessaire pour la faire disparaître, éliminer la solution d'iodure de potassium.

5.7 Solution étalon de thiosulfate de sodium 0,1 N, $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$.

Pour la préparation de cette solution, utiliser uniquement de l'eau récemment portée à ébullition, si possible purgée avec de l'azote. Cette solution peut être utilisée pendant un mois et conservée dans un flacon en verre ambré.

5.8 Solution étalon de thiosulfate de sodium 0,01 N, $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,01 \text{ mol/l}$ (voir 9.2).

Il est nécessaire de préparer fraîchement cette solution à partir de la solution étalon à 0,1 mol/l de thiosulfate de sodium préparée précédemment, ou bien d'en déterminer le titre tous les jours. L'expérience montre que la stabilité est limitée et dépend de la valeur du pH et de la teneur en dioxyde de carbone libre. Utiliser uniquement de l'eau récemment portée à ébullition, si possible purgée avec de l'azote.

5.9 Solution d'amidon, concentration massique $\rho = 1 \text{ g/100 ml}$. Mélanger 0,5 g d'amidon dans une petite quantité d'eau froide. Ajouter ensuite ce mélange à 50 ml d'eau bouillante tout en remuant, laisser bouillir quelques secondes, puis laisser immédiatement refroidir.

Une nouvelle solution doit être préparée chaque jour.

Il est recommandé d'utiliser de l'amidon de pomme de terre pour la iodométrie, étant donné que cet amidon permet d'obtenir un bleu plus foncé. Des réactifs équivalents peuvent être utilisés.

5.10 Étalon d'iodate de potassium (KIO_3), matériel de référence secondaire, répertorié par le NIST (National Institute of Standards and Technology), situé à Gaithersburg, Maryland, États-Unis.

5.11 Acide chlorhydrique, $c(\text{HCl}) = 4 \text{ mol/l}$.

6 Appareillage

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

6.1 Erlenmeyer, d'une capacité de 250 ml, à col rodé et muni d'un bouchon en verre rodé.

6.2 Burette, d'une capacité de 10 ml ou 25 ml, graduée au moins tous les 0,05 ml, dotée de préférence d'un système de mise à zéro automatique.

6.3 Unité de dosage manuel ou automatique, d'une capacité de 20 ml, avec une résolution d'au moins 10 μl et une précision de $\pm 0,15 \%$ (par exemple, une burette à piston).

6.4 Pipettes, d'une capacité de 0,5 ml, 1 ml, 10 ml et 100 ml (ou pipettes automatiques).

6.5 Éprouvettes graduées, d'une capacité de 50 ml et 100 ml.

6.6 Balance analytique, lisible à 0,000 1 g près.

6.7 Agitateur magnétique, doté d'un barreau aimanté (de 2,5 cm) et d'une plaque chauffante.

6.8 Fiole jaugée, d'une capacité de 1 000 ml.

6.9 Fiole jaugée, d'une capacité de 250 ml.

6.10 Fiole jaugée, d'une capacité de 500 ml.