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

*Animal and vegetable fats and oils — Determination of acid value
and acidity*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 660:2020

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d8f4e075-bbc8-481a-a2a9-39c6cfa6a9d4/iso-660-2020>



iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 660:2020

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d8f4e075-bbc8-481a-a2a9-39c6cfa6a9d4/iso-660-2020>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2020

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, 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, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée 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 401 • Ch. de Blandonnet 8
CH-1214 Vernier, Genève
Tél.: +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	2
5 Réactifs	2
6 Appareillage	3
7 Échantillonnage	3
8 Préparation de l'échantillon pour essai	3
9 Mode opératoire	3
9.1 Méthode au solvant à froid utilisant un indicateur (Méthode de référence).....	3
9.2 Méthode au solvant à froid utilisant un titrage potentiométrique (Méthode de référence).....	4
9.3 Méthode à l'éthanol à chaud utilisant un indicateur.....	4
10 Calcul	5
10.1 Généralités.....	5
10.2 Indice d'acide.....	5
10.3 Acidité ou teneur en acides gras libres.....	6
11 Fidélité	6
11.1 Répétabilité.....	6
11.2 Reproductibilité.....	6
12 Rapport d'essai	7
Annexe A (informative) Résultats des essais interlaboratoires	8
Annexe B (informative) Comparaison de trois indicateurs colorés	10
Bibliographie	12

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 attirée 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 nature volontaire des normes, 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'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir www.iso.org/avant-propos.

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 34, *Produits alimentaires*, sous-comité SC 11, *Corps gras d'origines animale et végétale*, en collaboration avec le comité technique CEN/TC 307, *Oléagineux, corps gras d'origine végétale et animale et leurs co-produits — Méthodes d'échantillonnage et d'analyse*, du Comité européen de normalisation (CEN) conformément à l'Accord de coopération technique entre l'ISO et le CEN (Accord de Vienne).

Cette quatrième édition annule et remplace la troisième édition (ISO 660:2009), qui a fait l'objet d'une révision technique. Les principales modifications par rapport à l'édition précédente sont les suivantes:

- ajout d'une mention de non-applicabilité au domaine d'application du lait et des produits laitiers en raison de l'application de l'ISO 1740;
- ajout d'informations sur une classification CMR sur les indicateurs colorés;
- ajout, à l'[Annexe B](#), de données issues de l'essai interlaboratoires effectué pour étayer cette modification.

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse www.iso.org/fr/members.html.

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

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie trois méthodes (deux titrimétriques et une potentiométrique) pour la détermination de l'acidité dans les corps gras d'origines animale et végétale dits «corps gras». L'acidité est exprimée, de préférence, en indice d'acide ou bien en acidité calculée conventionnellement.

Le présent document est applicable aux corps gras d'origines végétale ou animale à l'état brut ou raffinés, aux acides gras des pâtes de neutralisation ou aux acides gras de qualité technique. Il ne s'applique pas aux cires.

Ces méthodes ne sont en aucun cas spécifiques, elles ne s'appliquent donc pas à la différenciation des acides minéraux, acides gras libres et autres acides organiques. De ce fait, l'indice d'acide inclut tout acide minéral présent.

Le lait et les produits laitiers (ou la matière grasse issue du lait et des produits laitiers) sont exclus du domaine d'application du présent document.

2 Références normatives

Les documents suivants sont cités dans le texte de sorte qu'ils 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 385, *Verrerie de laboratoire — Burettes*

ISO 661, *Corps gras d'origines animale et végétale — Préparation de l'échantillon pour essai*

ISO 1042, *Verrerie de laboratoire — Fioles jaugées à un trait*

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.

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

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

3.1

indice d'acide

nombre de milligrammes d'hydroxyde de potassium nécessaires pour neutraliser les acides gras libres présents dans 1 g de corps gras, déterminé conformément au mode opératoire spécifié dans le présent document

Note 1 à l'article: L'indice d'acide est exprimé en milligrammes par gramme.

3.2 acidité

teneur en acides gras libres déterminée conformément au mode opératoire spécifié dans le présent document

Note 1 à l'article: L'acidité est exprimée en pourcentage en masse. Si le résultat reporté de la détermination indique simplement «acidité» sans autre précision, cela signifie, par convention, l'acidité basée sur la teneur en acide oléique.

4 Principe

Mise en solution d'un échantillon dans un mélange adapté de solvants, puis titrage des acides présents avec une solution éthanolique ou méthanolique d'hydroxyde de sodium ou de potassium.

Les méthodes spécifiées en 9.1 et 9.2 sont des méthodes de référence.

5 Réactifs

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

Sauf spécification contraire, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue.

5.1 Solvant A utilisé pour le mélange de solvants (5.3), éthanol, fraction volumique, $\varphi \approx 96$ %.

Le propanol-2 de fraction volumique $\varphi \approx 99$ %, peut être utilisé en remplacement.

5.2 Solvant B utilisé pour le mélange de solvants (5.3), éther diéthylique, exempt de peroxydes.

En remplacement, le *tert*-butylméthyléther, l'éther de pétrole (plage d'ébullition de 40 °C à 60 °C) ou le toluène peuvent également être utilisés.

AVERTISSEMENT — L'éther diéthylique est très inflammable et peut former des peroxydes explosifs. Son utilisation requiert des précautions particulières.

5.3 Mélange de solvants, mélanger des volumes égaux des solvants A (5.1) et B (5.2). Fraction volumique de A: $\varphi = 50$ ml/100 ml; fraction volumique de B: $\varphi = 50$ ml/100 ml.

Dans le cas de graisse animale ou de corps gras solide, un mélange d'un volume de solvant A (par exemple 25 ml) et de trois volumes de *tert*-butylméthyléther ou de toluène (par exemple 75 ml) est recommandé.

Neutraliser, juste avant l'emploi, avec une solution d'hydroxyde de potassium en présence de 0,3 ml de solution d'indicateur coloré pour 100 ml de mélange de solvants.

Pour le titrage en milieu KOH aqueux, le solvant propanol-2 peut être utilisé.

5.4 Éthanol ou méthanol, de fraction volumique minimale $\varphi = 95$ %.

5.5 Hydroxyde de sodium ou hydroxyde de potassium, solutions volumétriques titrées d'éthanol ou de méthanol. Concentration en substance $c(\text{NaOH})$ ou $c(\text{KOH})$: 0,1 mol/l et 0,5 mol/l, respectivement. La concentration exacte de la solution d'hydroxyde de sodium (ou de solution d'hydroxyde de potassium) doit être connue ou vérifiée avant utilisation.

NOTE La solution éthanolique ou méthanolique d'hydroxyde de potassium/sodium peut être remplacée par une solution d'hydroxyde de sodium ou de potassium aqueuse, uniquement si le volume d'eau introduit ne provoque pas une séparation de phase.

5.6 Thymolphtaléine (numéro CAS: 125-20-2) ou **bleu alcalin 6B** (numéro CAS: 1324-76-1) solution dans l'éthanol de concentration massique $\rho = 2 \text{ g}/100 \text{ ml}$ ou, à défaut, **phénolphtaléine** (numéro CAS: 77-09-8) solution dans l'éthanol de concentration massique, $\rho = 1 \text{ g}/100 \text{ ml}$.

NOTE 1 La phénolphtaléine est classée dans la catégorie des substances cancérigènes, mutagènes ou reprotoxiques (CMR), contrairement à la thymolphtaléine ou au bleu alcalin.

NOTE 2 Un essai en laboratoires a été effectué pour comparer les trois indicateurs colorés (voir l'[Annexe B](#)).

Dans le cas de corps gras de couleur sombre, la **thymolphtaléine** ou le **bleu alcalin** doivent être utilisés.

La phénolphtaléine est un composé carcinogène connu qu'il convient d'utiliser uniquement lorsqu'il n'existe aucune autre alternative.

5.7 Eau, conformément à l'ISO 3696, de qualité 3.

6 Appareillage

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

6.1 Burette, d'une capacité de 10 ml, graduée tous les 0,02 ml, ISO 385, classe A.

6.2 Burette, d'une capacité de 25 ml, graduée tous les 0,05 ml, ISO 385, classe A.

6.3 Balance analytique, précise à 0,001 g.

6.4 Appareil de titrage automatique (basé sur une électrode potentiométrique) ou potentiomètre.

6.5 Électrode de pH combinée, pour les titrages acide-base non aqueux.

6.6 Fioles jaugées, d'un volume de 1 000 ml, ISO 1042, classe A.

7 Échantillonnage

Il convient d'envoyer un échantillon représentatif au laboratoire. Il convient qu'il ne soit ni endommagé ni modifié au cours du transport ou du stockage.

L'échantillonnage ne fait pas partie de la méthode spécifiée dans le présent document. 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 l'échantillon contient des acides gras volatils, l'échantillon pour essai ne doit être ni chauffé ni filtré.

9 Mode opératoire

9.1 Méthode au solvant à froid utilisant un indicateur (Méthode de référence)

9.1.1 Suivant l'estimation de la valeur présumée de l'indice d'acide, choisir la masse de la prise d'essai et la concentration d'alcali conformément au [Tableau 1](#).

9.1.2 Conformément au [Tableau 1](#), peser la prise d'essai dans une fiole conique de 250 ml.

9.1.3 Ajouter 50 ml à 100 ml du mélange de solvant neutralisé (5.3) et dissoudre la prise d'essai si nécessaire en chauffant légèrement.

Dans le cas d'échantillons à point de fusion élevé, utiliser un mélange d'éthanol et de toluène.

9.1.4 Après avoir ajouté un indicateur (5.6), titrer en agitant constamment à l'aide d'une solution d'hydroxyde de sodium ou d'hydroxyde de potassium (5.5). Le point final du titrage est atteint lorsque l'ajout d'une seule goutte d'alcali provoque un changement de couleur net même s'il est léger, persistant durant au moins 15 s.

Tableau 1 — Masses des prises d'essai et concentrations d'alcali (NaOH ou KOH)

Groupe de produits (exemples)	Indice d'acide approximatif	Masse de la prise d'essai g	Concentration de NaOH ou de KOH mol/l	Exactitude de pesée de la prise d'essai g
Corps gras à l'état raffiné d'origine végétale Corps gras d'origine animale	0 à 1	20	0,1	0,05
Corps gras à l'état brut d'origine végétale Corps gras d'origine animale de qualité technique	1 à 4 4 à 15	10 2,5	0,1 0,1	0,02 0,01
Acides gras des pâtes de neutralisation	15 à 75	0,5 3,0	0,1 0,5	0 001
Acides gras de qualité technique	> 75	0,2 1,0	0,1 0,5	0,001

9.2 Méthode au solvant à froid utilisant un titrage potentiométrique (Méthode de référence)

9.2.1 Conformément au [Tableau 1](#), peser la prise d'essai dans une bécher de 150 ml.

9.2.2 Ajouter 50 ml à 100 ml du mélange de solvant neutralisé (5.3) et dissoudre l'échantillon si nécessaire en chauffant légèrement.

Dans le cas d'échantillons à point de fusion élevé, utiliser un mélange d'éthanol et de toluène.

9.2.3 Introduire l'électrode combinée dans le mélange de solvants et la relier à l'appareil de titrage automatique.

9.2.4 Déclencher l'agitateur pendant au moins 30 s puis titrer en agitant constamment avec la solution d'hydroxyde de sodium ou d'hydroxyde de potassium (5.5).

9.2.5 Dès que le point d'équivalence est atteint, consigner la quantité de solution titrée utilisée.

9.3 Méthode à l'éthanol à chaud utilisant un indicateur

9.3.1 Dans les conditions spécifiées dans la présente méthode, les acides gras à chaîne courte s'ils sont présents, sont volatils.

9.3.2 Peser, dans une fiole, une masse suffisante de l'échantillon pour essai comme indiqué dans le [Tableau 1](#), selon la couleur et l'indice d'acide présumé.

9.3.3 Dans une deuxième fiole, porter à ébullition 50 ml d'éthanol contenant 0,5 ml de solution d'indicateur (5.6). Alors que la température de l'éthanol est encore supérieure à 70 °C, le neutraliser avec précaution avec une solution à 0,1 mol/l d'hydroxyde de sodium ou d'hydroxyde de potassium.

Le point final du titrage est atteint lorsque l'ajout d'une seule goutte d'alcali provoque un changement de couleur net même s'il est léger, persistant durant au moins 15 s.

Pour les corps gras de couleur sombre, il peut s'avérer nécessaire d'utiliser l'éthanol et l'indicateur en volumes plus importants. De plus, pour les corps gras de couleur sombre, le bleu alcalin ou la thymolphthaléine doivent être utilisés.

9.3.4 Ajouter l'éthanol neutralisé à la prise d'essai dans la première fiole et mélanger soigneusement. Porter le contenu à ébullition et titrer avec la solution d'hydroxyde de sodium ou d'hydroxyde de potassium, en agitant vigoureusement le contenu de la fiole pendant le titrage.

10 Calcul

10.1 Généralités

Consigner l'indice d'acide, w_{AV} , ou la teneur en acides gras libres, w_{FFA} , comme suit:

- à deux décimales pour les valeurs de 0 jusqu'à 1 compris;
- à une décimale pour les valeurs de 1 jusqu'à 100 compris;
- en nombre entier pour les valeurs supérieures à 100.

En complément des calculs suivants, l'acidité approximative ou la teneur approximative en acides gras libres (acidité) est calculée d'après la [Formule \(1\)](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d8f4e075-bbc8-481a-a2a9-39c6cfa6a9d4/iso-660-2020):

$$w_{FFA} = 0,5 \times w_{AV} \quad (1)$$

10.2 Indice d'acide

L'indice d'acide, w_{AV} , exprimé en fraction massique, est calculé d'après la [Formule \(2\)](#):

$$w_{AV} = \frac{56,1 \times cV}{m} \quad (2)$$

où

- c est la concentration exacte, en moles par litre, de la solution titrée d'hydroxyde de sodium ou de potassium utilisée;
- V est le volume, en millilitres, de la solution titrée d'hydroxyde de sodium ou de potassium utilisée;
- m est la masse, en grammes, de la prise d'essai.