
**Corps gras d'origines animale et
végétale — Détermination du point
de fusion en tube capillaire ouvert —
Point de glissement**

*Animal and vegetable fats and oils — Determination of melting point
in open capillary tubes — Slip point*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 6321:2021](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cf5b6baf-bf30-48da-8555-ebec71d76f22/iso-6321-2021)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cf5b6baf-bf30-48da-8555-
ebec71d76f22/iso-6321-2021](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cf5b6baf-bf30-48da-8555-ebec71d76f22/iso-6321-2021)



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 6321:2021](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cf5b6baf-bf30-48da-8555-ebec71d76f22/iso-6321-2021)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cf5b6baf-bf30-48da-8555-ebec71d76f22/iso-6321-2021>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2021

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

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 Appareillage	2
6 Échantillonnage	4
7 Préparation de l'échantillon pour essai	4
8 Mode opératoire	5
8.1 Préparation des tubes capillaires pour la méthode A.....	5
8.2 Préparation des tubes capillaires pour la méthode B.....	5
8.3 Détermination.....	5
8.4 Nombre de déterminations.....	6
9 Expression des résultats	6
10 Fidélité	6
10.1 Essais interlaboratoires.....	6
10.2 Répétabilité.....	6
11 Rapport d'essai	6
Annexe A (normative) Méthode pour les échantillons d'huile de palme	8
Annexe B (informative) Résultats des essais interlaboratoires	9
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 troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 6321:2002), qui a fait l'objet d'une révision technique.

Les principales modifications par rapport à l'édition précédente sont les suivantes:

- l'obligation de mesurer le diamètre de chaque tube capillaire a été supprimée, et
- une note de bas de page suggérant des noms de fournisseurs de tubes capillaires appropriés a été ajoutée.

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 du point de fusion en tube capillaire ouvert — Point de glissement

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie deux méthodes de détermination du point de fusion en tube capillaire ouvert, couramment appelé «point de fusion par glissement», des corps gras d'origines animale et végétale (désignés ci-après par «corps gras »).

- La méthode A est applicable uniquement aux corps gras d'origines animale et végétale solides à température ambiante et qui ne présentent pas un polymorphisme prononcé.
- La méthode B est applicable à tous les corps gras d'origines animale et végétale solides à température ambiante, et est à utiliser pour les corps gras dont le comportement polymorphique est inconnu.

Pour la détermination du point de fusion par glissement d'échantillons d'huile de palme, la méthode donnée dans l'[Annexe A](#) doit être appliquée.

NOTE 1 La méthode A appliquée aux corps gras à polymorphisme prononcé donne des résultats différents et moins satisfaisants que ceux obtenus avec la méthode B.

NOTE 2 Les corps gras présentant un polymorphisme prononcé sont principalement le beurre de cacao et les corps gras contenant des quantités notables de triacylglycérol insaturé-2, saturé-1,3.

ISO 6321:2021

2 Références normatives

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cf5b6baf-bf30-48da-8555-ebec71d76f22/iso-6321-2021>

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 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:

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

3.1

point de fusion par glissement en tube capillaire ouvert

température à laquelle une colonne de graisse placée dans un tube capillaire ouvert commence à se déplacer dans les conditions opératoires spécifiées dans le présent document

4 Principe

Immersion d'un tube capillaire, contenant une colonne d'un corps gras cristallisé dans des conditions contrôlées, à une profondeur spécifiée dans de l'eau dont la température augmente à une vitesse donnée. Enregistrement de la température à laquelle la colonne commence à se déplacer dans le tube capillaire.

5 Appareillage

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

5.1 Tubes capillaires, à parois uniformes, ouverts aux deux extrémités, de 0,9 mm à 1,2 mm de diamètre interne, de 1,2 mm à 1,6 mm de diamètre externe, de 0,15 mm à 0,30 mm d'épaisseur de parois et de 50 mm à 70 mm de longueur¹⁾.

Avant utilisation, nettoyer soigneusement les tubes par des lavages successifs avec un mélange d'acide chromique, d'eau et d'acétone; il est également possible d'utiliser une autre solution de nettoyage appropriée, par exemple du peroxyde d'hydrogène. Sécher les tubes capillaires dans une étuve. Il est toutefois recommandé d'utiliser des tubes neufs.

5.2 Thermomètre, gradué en 0,1 °C, étalonné dans la gamme de température des points de fusion présumés.

5.3 Agitateur, électrique.

5.4 Bain de refroidissement, rempli d'eau salée ou d'un autre liquide ne gelant pas, maintenu thermostatiquement à une température de -10 °C à -12 °C, ou rempli d'un mélange de glace et de sel (dans la proportion 2:1 en masse) à une température de -10 °C à -12 °C.

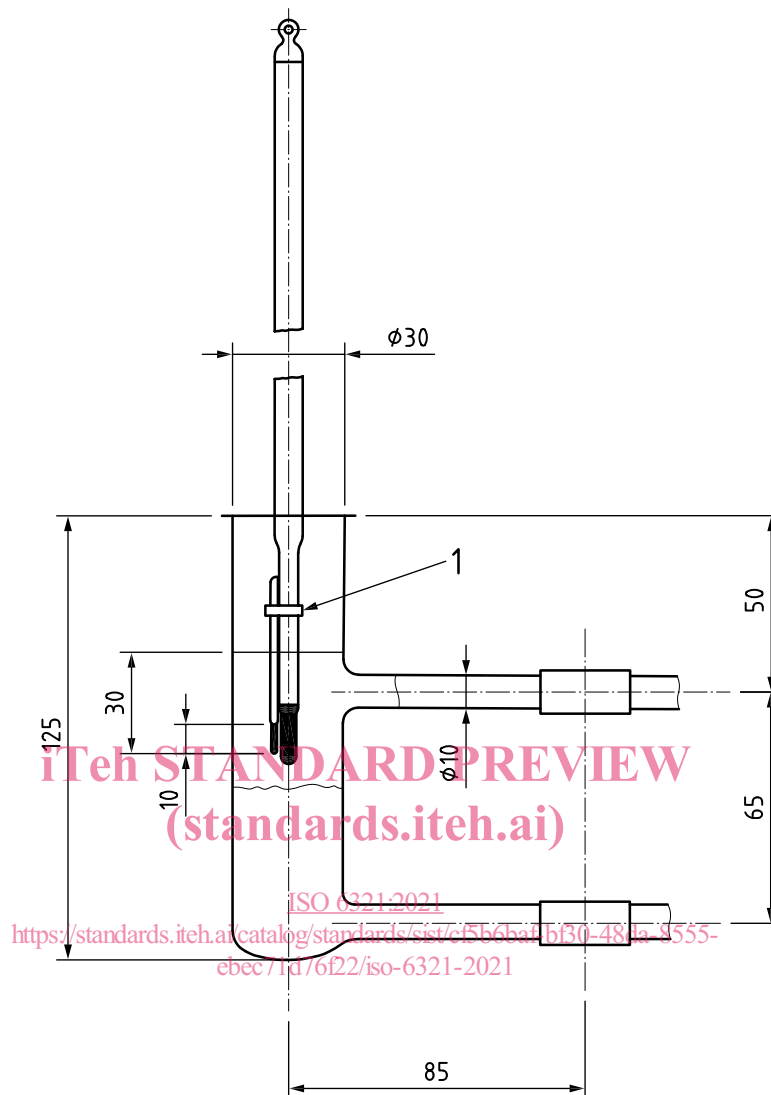
5.5 Système de chauffage, comportant les éléments suivants:

- a) **manchon à circulation d'eau**, en verre, muni de tubes d'entrée et de sortie, ayant la forme et les dimensions indiquées à la [Figure 1](#);
- b) **élément de chauffage**, permettant de délivrer un faible courant d'eau dont la température peut être contrôlée de façon à augmenter à une vitesse de 0,5 °C/min à 4 °C/min, à travers le manchon [[5.5 a](#)]).

Un exemple de système de chauffage approprié est donné à la [Figure 2](#).

D'autres systèmes de chauffage, tels qu'un bain d'eau avec agitateur magnétique et dont la montée à la température spécifiée peut être contrôlée [[5.5 b](#)]), peuvent également être utilisés.

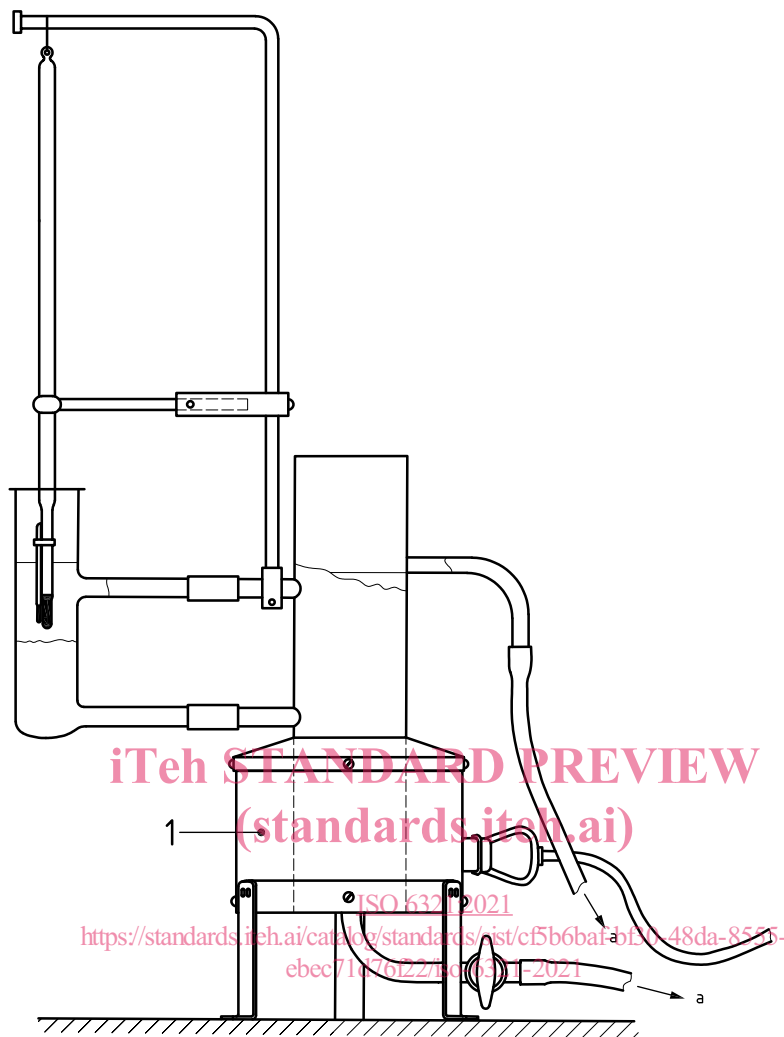
1) La référence 1411022 de Hilgenberg (<https://www.hilgenberg-gmbh.de/innovative-glasprodukte/>), la référence 2930201 de Marienfeld (<https://www.marienfeld-superior.com/home.html>) et la référence 9201570 de Hirschmann (<http://www.hirschmann-laborgeraete.de/>) sont des exemples de produits appropriés proposés par des fournisseurs de tubes capillaires. Ces informations sont données par souci de commodité à l'intention des utilisateurs du présent document et ne sauraient constituer un engagement de l'ISO à l'égard des produits de ces fournisseurs.



Légende

1 élastique

Figure 1 — Manchon à circulation d'eau



Légende

- 1 élément de chauffage (bobine 220 W)
 a Vers la vidange.

Figure 2 — Exemple de système de chauffage (chauffage par convection naturelle)

6 Échantillonnage

Il est important 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 le présent document. Une méthode d'échantillonnage recommandée est décrite dans l'ISO 5555^[1].

7 Préparation de l'échantillon pour essai

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

8 Mode opératoire

8.1 Préparation des tubes capillaires pour la méthode A

Faire fondre aussi rapidement que possible une partie de l'échantillon pour essai à une température d'au moins 5 °C, mais d'au plus 10 °C au-dessus de la température à laquelle le corps gras est complètement fondu.

Enfoncer deux tubes capillaires (5.1) dans l'échantillon pour essai fondu, de façon à obtenir des colonnes de corps gras de 10 mm ± 2 mm. Immédiatement après le remplissage, essuyer rapidement chaque tube avec un tissu absorbant, de façon à éliminer toute trace de corps gras sur sa surface externe. Placer immédiatement, pendant quelques secondes, les tubes capillaires remplis contre un béccher rempli de glace, de façon à solidifier le corps gras.

Mettre les tubes dans le bain de refroidissement (5.4) pendant 5 min.

Opérer ensuite selon 8.3.

8.2 Préparation des tubes capillaires pour la méthode B

Faire fondre aussi rapidement que possible une partie de l'échantillon pour essai à une température d'au moins 5 °C, mais d'au plus 10 °C au-dessus de la température à laquelle le corps gras est complètement fondu.

Refroidir l'échantillon pour essai fondu, en agitant occasionnellement, jusqu'à une température de 32 °C à 34 °C, puis agiter de façon continue à l'aide de l'agitateur (5.3) en laissant le corps gras refroidir jusqu'à apparition des premiers signes d'un trouble.

Continuer manuellement l'agitation jusqu'à obtention d'une consistance pâteuse et transférer le corps gras dans un béccher de 100 ml, à une température de 17 °C ± 2 °C.

Laisser le corps gras à cette température pendant un minimum de 24 h.

Enfoncer quatre tubes capillaires (5.1) dans le corps gras conditionné, de façon à obtenir des colonnes de corps gras de 10 mm ± 2 mm. Essuyer rapidement chaque tube avec un tissu absorbant, de façon à éliminer toute trace de corps gras sur sa surface externe.

Conserver les tubes à 17 °C ± 2 °C jusqu'à leur utilisation.

8.3 Détermination

8.3.1 Pour la méthode A (8.1) ou pour la méthode B (8.2), attacher au thermomètre (5.2), à l'aide d'un élastique (ou par un autre moyen approprié, par exemple une bande de caoutchouc), en prenant soin d'éviter tout transfert de chaleur corporelle au corps gras, deux tubes capillaires préparés, de manière que les colonnes de graisse soient dans le bas des tubes et coïncident avec le réservoir du thermomètre.

8.3.2 Remplir le manchon à circulation d'eau [5.5 a)] et l'élément de chauffage [5.5 b)] avec de l'eau bouillie au préalable et refroidie à 15 °C. Bloquer ou suspendre le thermomètre avec les tubes capillaires attachés au centre du manchon, de façon que les extrémités des tubes capillaires soient à 30 mm au-dessous de la surface de l'eau.

8.3.3 Mettre en marche le système de chauffage (5.5) pour qu'un faible courant d'eau passe à travers le manchon en le réglant de façon à augmenter la température de l'eau, que l'on mesure à l'aide du thermomètre dans le manchon, d'environ 3 °C/min à 4 °C/min pour la méthode A et 1 °C/min pour la méthode B.

8.3.4 Pour chacun des deux tubes capillaires, noter la température indiquée par le thermomètre dès que le corps gras commence à se déplacer dans le tube.

8.3.5 Noter la moyenne arithmétique des deux lectures obtenues. Pour la méthode A, considérer cette moyenne arithmétique comme résultat d'une seule détermination.

8.3.6 Pour la méthode B, recommencer les opérations décrites de [8.3.1](#) à [8.3.3](#) en utilisant les deux tubes restants ([8.2](#)) et en diminuant la vitesse de montée de la température à 0,5 °C/min une fois que la température de l'eau est à 5 °C de la lecture moyenne déterminée en [8.3.5](#). Pour chacun des deux tubes capillaires, noter la température indiquée par le thermomètre dès que le corps gras commence à se déplacer dans le tube. Enregistrer la moyenne arithmétique des deux lectures obtenues et la considérer comme résultat d'une seule détermination.

8.4 Nombre de déterminations

Effectuer deux déterminations sur le même échantillon pour essai [c'est-à-dire de façon à obtenir deux lectures moyennes avec la méthode A ([8.3.5](#)) et deux lectures moyennes finales avec la méthode B ([8.3.6](#))].

9 Expression des résultats

Prendre comme résultat la moyenne arithmétique des deux déterminations.

Exprimer le point de fusion par glissement en tube capillaire ouvert à 0,1 °C près.

10 Fidélité

iTeh STANDARD PREVIEW

10.1 Essais interlaboratoires (standards.iteh.ai)

Les détails d'essais interlaboratoires relatifs à la fidélité de la méthode sont résumés dans l'[Annexe B](#). Les valeurs obtenues à partir de ces essais peuvent ne pas être applicables à des plages de concentration et à des matrices autres que celles indiquées.

10.2 Répétabilité

La différence absolue entre deux résultats d'essai individuels indépendants obtenus avec la même méthode, sur le même matériau d'essai, dans le même laboratoire et par le même opérateur utilisant le même équipement dans un court intervalle de temps, ne dépassera que dans 5 % des cas au plus 0,5 °C pour la méthode A et 1,0 °C pour la méthode B.

11 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit spécifier:

- a) l'échantillon;
- b) le présent document, y compris son année de publication (par exemple ISO 6321:2021);
- c) toutes les informations nécessaires à l'identification complète de l'échantillon;
- d) la méthode d'échantillonnage utilisée, si elle est connue;
- e) la méthode d'essai utilisée (c'est-à-dire ISO 6321, méthode A ou méthode B);
- f) tous les détails opératoires non spécifiés dans le présent document, ou considérés comme facultatifs, ainsi que les détails relatifs à tout incident éventuel susceptible d'avoir eu une incidence sur le(s) résultat(s) d'essai;
- g) le(s) résultat(s) d'essai obtenu(s) ou, si la répétabilité a été contrôlée, le résultat final obtenu;