
NORME INTERNATIONALE



3577

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION • МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ • ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

Graisses animales — Détermination de l'indice de Bömer

Animal fats — Determination of Bömer value

Première édition — 1976-06-15

CDU 665.222 : 543.85

Réf. n° : ISO 3577-1976 (F)

Descripteurs : produit animal, corps gras animal, graisse de porc, analyse chimique, détermination, indice de Bömer.

AVANT-PROPOS

L'ISO (Organisation Internationale de Normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (Comités Membres ISO). L'élaboration des Normes Internationales est confiée aux Comités Techniques ISO. Chaque Comité Membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du Comité Technique correspondant. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO, participent également aux travaux.

Les Projets de Normes Internationales adoptés par les Comités Techniques sont soumis aux Comités Membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes Internationales par le Conseil de l'ISO.

La Norme Internationale ISO 3577 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 34, *Produits agricoles alimentaires*, et soumise aux Comités Membres en avril 1974.

Elle a été approuvée par les Comités Membres des pays suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	Éthiopie	Pays-Bas
Allemagne	France	Pologne
Autriche	Ghana	Portugal
Belgique	Hongrie	Roumanie
Brésil	Inde	Royaume-Uni
Bulgarie	Iran	Turquie
Chili	Irlande	Yougoslavie
Égypte, Rép. arabe d'	Israël	
Espagne	Mexique	

Le Comité Membre du pays suivant a désapprouvé le document pour des raisons techniques :

Australie

Graisses animales — Détermination de l'indice de Bömer

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie deux méthodes pour la détermination de l'indice de Bömer d'une graisse de porc destinée aux consommations humaine et animale :

- méthode à l'oxyde diéthylique (méthode I);
- méthode à l'acétone (méthode II).

L'indice de Bömer est destiné à donner une indication sur la présence de graisse étrangère dans la graisse de porc. Les graisses de porc hydrogénées et/ou transestérifiées sont comprises dans les graisses étrangères.

NOTE — Des essais comparatifs ont montré que les deux méthodes donnaient des résultats pratiquement identiques. Cependant, la méthode à l'oxyde diéthylique doit être utilisée de préférence, parce qu'elle a un plus petit écart type. Des considérations climatiques ou légales peuvent nécessiter l'utilisation de la méthode à l'acétone, en vue d'éviter l'usage de l'oxyde diéthylique.

2 RÉFÉRENCE

ISO . . . , *Graisses brutes animales et végétales — Échantillonnage*.¹⁾

3 DÉFINITION

indice de Bömer : Somme, en degrés Celsius, de la température de fusion des triglycérides isolés suivant le procédé décrit, et du double de la différence entre cette température de fusion et celle des acides gras obtenus après saponification de ces triglycérides.

4 PRINCIPE

Cristallisation de la graisse dans l'oxyde diéthylique ou l'acétone, selon la méthode utilisée, afin d'obtenir les triglycérides saturés.

Élimination des triglycérides non saturés adhérents

- soit par filtration et lavage complet à l'oxyde diéthylique (méthode I),
- soit par centrifugation ou décantation suivie d'un lavage complet à l'acétone (méthode II).

Saponification d'une partie des triglycérides saturés avec une solution éthanolique d'hydroxyde de potassium. Acidification de la solution de savon avec de l'acide

sulfurique dilué, et extraction des acides gras avec de l'oxyde diéthylique (méthode I) ou du *n*-hexane (méthode II). Lavage de la solution d'acides gras avec de l'eau jusqu'à élimination complète de l'acide sulfurique, puis évaporation du solvant.

Détermination simultanée des points de fusion des triglycérides et des acides gras séchés.

5 RÉACTIFS

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique. L'eau utilisée doit être de l'eau distillée ou de l'eau de pureté au moins équivalente.

5.1 Oxyde diéthylique, débarrassé de peroxydes selon un procédé approprié et distillé récemment (pour la méthode I).

5.2 Acétone (pour la méthode II).

5.3 *n*-Hexane (pour la méthode II).

5.4 Éthanol, de 95 à 96 % (V/V).

5.5 Sulfate de sodium, anhydre.

5.6 Adjuvant de filtration.

5.7 Hydroxyde de potassium, en pastilles.

5.8 Acide sulfurique, solution environ 1 N.

6 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et notamment :

6.1 Bain d'eau, réglable à 15 ± 1 °C (pour la méthode I), ou à 30 ± 2 °C (pour la méthode II).

6.2 Fiole conique, capacité 100 ml, à col rodé, munie d'un réfrigérant à reflux adaptable.

6.3 Mortier, capacité environ 50 ml, de préférence en agate.

1) En préparation.

6.4 Tubes semi-capillaires en verre, scellés à une extrémité, de 0,8 à 1,0 mm de diamètre intérieur, de 0,1 à 0,2 mm d'épaisseur de paroi et de 70 à 80 mm de longueur.

6.5 Thermomètre, type STL/0,2/35/85, conforme à l'ISO/R 653.

6.6 Appareil approprié pour la détermination du point de fusion, rempli avec un milieu liquide et muni d'un agitateur.

6.7 Dessiccateur, contenant de l'acide sulfurique concentré ou un autre acide desséchant d'efficacité équivalente.

6.8 Tube à centrifugation, de 100 ml ou **éprouvette à bouchon rodé**, de la même capacité (pour la méthode II).

6.9 Entonnoir de Buchner.

6.10 Bain d'eau bouillante.

6.11 Étuve, réglable à $102 \pm 2^\circ\text{C}$.

7 MODE OPÉRATOIRE

7.1 Préparation de l'échantillon pour essai

Faire fondre environ 150 g de l'échantillon homogénéisé (voir ISO ...) à environ 10°C au-dessus de son point de fusion, et filtrer à cette température à travers un papier filtre sec à filtration rapide après avoir ajouté un mélange de 4 g de sulfate de sodium anhydre (5.5) et 1 g d'adjuvant de filtration (5.6). Il est essentiel que le filtrat soit parfaitement limpide; dans le cas contraire, recommencer la totalité des opérations précédentes avec une nouvelle portion de sulfate de sodium anhydre et d'adjuvant de filtration.

7.2 Méthode I

7.2.1 *Prise d'essai*

Peser environ 50 g de l'échantillon pour essai dans un bécher de 150 ml.

7.2.2 *Préparation des triglycérides*

7.2.2.1 Ajouter 50 ml d'oxyde diéthylique (5.1), recouvrir le bécher avec un verre de montre et dissoudre la graisse, en agitant par rotation et en chauffant légèrement sur un bain d'eau. Si la solution n'est pas tout à fait limpide, filtrer sur papier filtre sec.

7.2.2.2 Placer le bécher ainsi recouvert dans le bain d'eau (6.1) à $15 \pm 1^\circ\text{C}$ et l'y laisser durant 1 h, en agitant la solution toutes les 15 min, par un mouvement circulaire du bécher ou avec une baguette en verre.

NOTE — Si après 30 min, on n'obtient pas de cristaux, poursuivre la cristallisation durant encore 30 min, à une plus faible température, mais pas en dessous de 5°C . Si la quantité de cristaux obtenus à 15°C ou en dessous est inférieure à 0,5 g environ, recommencer les manipulations avec de nouvelles prises d'essai et ajouter les cristaux obtenus aux précédents.

7.2.2.3 Filtrer les cristaux, si nécessaire avec une légère aspiration, sur l'entonnoir de Buchner (6.9) (dont le diamètre sera fonction de la quantité des cristaux obtenus), en utilisant un papier filtre à filtration rapide bien adapté.

7.2.2.4 Laver les cristaux sur le papier filtre trois fois avec des portions de 25 ml d'oxyde diéthylique (5.1) refroidi à 15°C .

7.2.2.5 Détacher les cristaux du papier filtre et les remettre dans le bécher utilisé pour la cristallisation, préalablement rincé avec un peu d'oxyde diéthylique.

7.2.2.6 Ajouter 50 ml d'oxyde diéthylique, recouvrir le bécher avec un verre de montre et dissoudre les cristaux en chauffant légèrement sur un bain d'eau; refroidir ensuite et placer le bécher dans le bain d'eau (6.1) à $15 \pm 1^\circ\text{C}$ durant 15 min.

Filtrer les cristaux, si nécessaire avec une légère aspiration, sur l'entonnoir de Buchner (dont le diamètre sera fonction de la quantité de cristaux obtenus), en utilisant un papier filtre à filtration rapide bien adapté. Laver les cristaux sur le papier filtre trois fois avec des portions de 25 ml d'oxyde diéthylique refroidi à 15°C . Détacher les cristaux du papier filtre et les remettre dans le bécher utilisé pour la cristallisation, préalablement rincé avec un peu d'oxyde diéthylique.

7.2.2.7 Ajouter de nouveau 50 ml d'oxyde diéthylique, recouvrir le bécher avec un verre de montre et dissoudre les cristaux en chauffant légèrement sur un bain d'eau; refroidir ensuite et placer le bécher dans le bain d'eau (6.1) à $15 \pm 1^\circ\text{C}$ durant 15 min.

Filtrer les cristaux, si nécessaire avec une légère aspiration, sur l'entonnoir de Buchner (dont le diamètre sera fonction de la quantité de cristaux obtenus), en utilisant un papier filtre à filtration rapide bien adapté. Laver les cristaux sur le papier filtre trois fois avec des portions de 25 ml d'oxyde diéthylique refroidi à 15°C .

7.2.2.8 Placer le papier filtre et les cristaux sur un verre de montre, et sécher à une température ne dépassant pas 35°C .

7.2.2.9 Broyer les cristaux dans le mortier (6.3) jusqu'à l'obtention d'une poudre fine, impalpable. Conserver les cristaux de triglycérides ainsi pulvérisés dans le dessiccateur (6.7), dans un flacon ouvert.

7.3 Méthode II

7.3.1 *Prise d'essai*

Peser environ 20 g de l'échantillon pour essai dans un tube à centrifugation ou une éprouvette (6.8).

7.3.2 *Préparation des triglycérides*

7.3.2.1 Ajouter 80 ml d'acétone (5.2) à 30°C et agiter de façon à bien mélanger l'ensemble. Laisser au bain d'eau (6.1) à $30 \pm 2^\circ\text{C}$ durant 18 h environ.

NOTE — Si la quantité de cristaux obtenus est inférieure à 0,5 g environ, recommencer les manipulations avec de nouvelles prises d'essai et ajouter les cristaux obtenus aux précédents.

7.3.2.2 Isoler les cristaux soit par centrifugation (durant 5 min) et en éliminant la phase liquide surnageante, soit en siphonnant cette même phase si l'on a utilisé une éprouvette.

7.3.2.3 Ajouter 20 ml d'acétone (5.2) à 30 °C. Agiter et isoler les cristaux comme indiqué en 7.3.2.2.

7.3.2.4 Verser de nouveau 20 ml d'acétone à 30 °C sur les cristaux, bien mélanger, et filtrer, avec une légère aspiration, sur l'entonnoir de Buchner (6.9) (dont le diamètre sera fonction de la quantité de cristaux obtenus), en utilisant un papier filtre à filtration rapide bien adapté.

Laver les cristaux sur le papier filtre cinq fois avec des portions de 5 ml d'acétone à 30 °C, le dernier lavage étant effectué avec aspiration.

7.3.2.5 Placer le papier filtre et les cristaux sur un verre de montre, et sécher à une température ne dépassant pas 35 °C.

Transvaser les cristaux dans le mortier (6.3), briser les grosses particules et laisser sécher soigneusement. Poursuivre le séchage durant 15 min.

7.3.2.6 Broyer les cristaux jusqu'à l'obtention d'une poudre fine, impalpable. Conserver les cristaux de triglycérides ainsi pulvérisés dans le dessiccateur (6.7), dans un flacon ouvert.

7.4 Préparation des acides gras

AVERTISSEMENT : Il est essentiel que la préparation des acides gras soit effectuée dans une atmosphère exempte d'ammoniac (NH_3).

7.4.1 Mettre de côté une quantité suffisante de triglycérides pulvérisés (7.2.2.9 ou 7.3.2.6) en vue de la détermination du point de fusion.

Peser une portion de 0,2 g au maximum du restant dans la fiole conique (6.2), et ajouter 10 ml d'éthanol (5.4) et 0,4 g (deux pastilles) d'hydroxyde de potassium (5.7).

7.4.2 Relier la fiole au réfrigérant à reflux, chauffer sur le bain d'eau (6.10) et faire bouillir doucement durant 15 min.

7.4.3 Enlever le réfrigérant et verser la solution de savon dans un bécher de 100 ml. Mettre le bécher sur le bain d'eau bouillante durant 15 min, afin d'éliminer la majeure partie de l'éthanol par évaporation.

7.4.4 Ajouter 50 ml d'eau à 75 °C environ pour dissoudre le savon et transvaser la solution dans une ampoule à décanter de 250 ml.

NOTE — Ne pas utiliser de graisse pour le bouchon ou le robinet d'arrêt.

7.4.5 Ajouter 10 ml de solution d'acide sulfurique (5.8), bien mélanger et laisser refroidir à la température ambiante.

7.4.6 Ajouter 50 ml d'oxyde diéthylique (5.1) (méthode I) ou de *n*-hexane (5.3) (méthode II) et agiter. Laisser décanter et éliminer la couche inférieure.

7.4.7 Laver la solution d'acides gras au moins trois fois avec des portions de 15 ml d'eau et poursuivre, si nécessaire, jusqu'à neutralité des eaux de lavage au méthylorange. Après le dernier lavage, éliminer complètement la couche inférieure.

7.4.8 Filtrer la solution à travers un papier filtre sec sur lequel ont été placés environ 4 g de sulfate anhydre de sodium (5.5), et recueillir le filtrat dans un bécher de 100 ml.

7.4.9 Évaporer le solvant au bain d'eau.

7.4.10 Placer le bécher dans l'étuve (6.11) réglée à 102 ± 2 °C, et l'y laisser durant 15 à 20 min.

7.4.11 Retirer le bécher de l'étuve et le laisser refroidir en position inclinée.

7.4.12 Détacher le gâteau d'acides gras et le pulvériser dans le mortier (6.3) en une poudre fine.

Conserver les acides gras ainsi pulvérisés dans le dessiccateur (6.7), dans un flacon ouvert.

7.5 Détermination des points de fusion

7.5.1 Remplir un tube semi-capillaire (6.4) avec les triglycérides (7.2.2.9 ou 7.3.2.6) en poudre. Tasser la poudre sur une hauteur de 5 mm environ, par exemple en laissant tomber le tube semi-capillaire placé dans un tube en verre, d'une hauteur suffisante sur un socle en bois.

NOTE — Les triglycérides en poudre contenus dans le tube semi-capillaire ne doivent pas être fondus avant la détermination des points de fusion.

7.5.2 Remplir un autre tube semi-capillaire avec les acides gras pulvérisés (7.4.12), de la même façon que celle décrite en 7.5.1 et le plus rapidement possible après leur préparation. Faire fondre le contenu du tube à 70 °C environ, durant 5 min, et laisser solidifier par refroidissement.

7.5.3 Placer les deux tubes et le thermomètre (6.5) dans l'appareil permettant de déterminer le point de fusion (6.6), et élever la température à raison de 2 °C/min jusqu'à 50 °C, puis à raison de 0,5 °C/min.

NOTE — Si l'on a fixé les tubes semi-capillaires sur le thermomètre, veiller à ce que les axes du réservoir à mercure et les tubes contenant les échantillons soient au même niveau.

7.5.4 À l'aide d'une loupe, observer la température à laquelle, dans chaque tube, la dernière particule solide disparaît. Noter comme points de fusion ces températures, à 0,1 °C près.

7.6 Nombre de déterminations

Effectuer deux déterminations complètes sur le même échantillon pour essai (7.1).

8 EXPRESSION DES RÉSULTATS

8.1 Mode de calcul et formule

L'indice de Bömer, I_B , est donné par la formule

$$I_B = t_g + 2 (t_g - t_a)$$

où

t_g est la température de fusion des triglycérides, en degrés Celsius;

t_a est la température de fusion des acides gras, en degrés Celsius.

8.2 Répétabilité

La différence entre les résultats de deux déterminations complètes de I_B (voir 7.6) effectuées simultanément ou

rapidement l'une après l'autre par le même analyste, ne doit pas être supérieure à 0,5 °C. Si ces limites sont dépassées, reprendre la totalité du mode opératoire.

9 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

Le procès-verbal d'essai doit indiquer laquelle des deux méthodes a été utilisée, les valeurs des températures de fusion des triglycérides et des acides gras, et l'indice de Bömer calculé.

Il doit, en outre, mentionner les détails opératoires non prévus dans la présente Norme Internationale ou facultatifs, ainsi que les incidents éventuels susceptibles d'avoir agi sur les résultats.

Le procès-verbal doit donner tous les renseignements nécessaires à l'identification complète de l'échantillon.

