

NORME INTERNATIONALE

ISO
3577

Deuxième édition
1988-12-15



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

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

Animal and vegetable fats and oils — Determination of Bömer value

Annule
1991-02

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 (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

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. Les Normes internationales sont approuvées conformément aux procédures de l'ISO qui requièrent l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 3577 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits agricoles alimentaires*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 3577 : 1976), dont elle constitue une révision technique.

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

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit deux méthodes pour la détermination de l'indice de Bömer d'une graisse de porc, à savoir :

- a) la méthode à l'oxyde diéthylique (méthode I);
- b) la 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, il convient d'utiliser de préférence la méthode à l'oxyde diéthylique, 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 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur cette Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 661 : 1980, *Corps gras d'origines animale et végétale — Préparation de l'échantillon pour l'essai.*

ISO 5555 : 1983, *Corps gras d'origines animale et végétale — Échantillonnage.*

3 Définition

Pour les besoins de la présente norme internationale, la définition suivante s'applique.

indice de Bömer: Somme, en degrés Celsius, de la température de fusion des triglycérides isolés suivant le procédé décrit dans la présente norme internationale 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

- a) soit par filtration et lavage complet à l'oxyde diéthylique, suivis d'une recristallisation dans l'oxyde diéthylique (méthode I),
- b) 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 chlorhydrique 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 chlorhydrique, 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 et l'eau utilisée doit être de l'eau distillée ou de pureté équivalente.

5.1 Oxyde diéthylique, exempt de peroxydes 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, à 95 % (V/V) — 96 % (V/V).

5.5 Sulfate de sodium, anhydre.

5.6 Adjuvant de filtration.

5.7 Hydroxyde de potassium, en pastilles.

5.8 Acide chlorhydrique, solution à environ 1 mol/l.

5.9 Orangé de méthyle, solution à 5 g/l.

6 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et notamment :

6.1 Bain d'eau, réglable à $15\text{ °C} \pm 1\text{ °C}$ (pour la méthode I), ou à $30\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ (pour la méthode II).

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

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

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

6.5 Thermomètre, précis à 0,1 °C dans la gamme des points de fusion attendus (généralement 30 °C à 60 °C).

6.6 Appareil pour la détermination du point de fusion, permettant l'utilisation des tubes capillaires (6.4).

6.7 Dessiccateur, contenant un déshydratant efficace.

6.8 Tube à centrifuger, de 100 ml de capacité, ou éprouvette munie d'un bouchon rodé, de 100 ml de capacité (pour la méthode II).

6.9 Entonnoir de Büchner, de diamètre adapté à la quantité de cristaux à filtrer.

6.10 Bain d'eau bouillante.

6.11 Étuve, réglable à $103\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$.

6.12 Ampoule à décanter, de 250 ml de capacité.

7 Échantillonnage

L'échantillonnage doit être effectué conformément à l'ISO 5555.

8 Préparation de l'échantillon pour essai

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

9 Mode opératoire

9.1 Méthode I

9.1.1 Prise d'essai

Peser environ 50 g de l'échantillon pour essai (article 8) dans un bécher de 150 ml.

9.1.2 Préparation des triglycérides

9.1.2.1 Ajouter à la prise d'essai 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 parfaitement limpide, filtrer sur papier filtre sec.

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

Si après 30 min, on n'obtient pas de cristaux, poursuivre la cristallisation pendant encore 30 min, à une plus faible température, mais pas en dessous de 5 °C.

Filtrer les cristaux, si nécessaire avec une légère aspiration, sur l'entonnoir de Büchner (6.9), 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 (5.1) refroidi à 15 °C.

Si la quantité de cristaux obtenus à 15 °C ou en dessous est inférieure à environ 0,5 g, recommencer les manipulations avec de nouvelles prises d'essai et ajouter les cristaux obtenus aux précédents.

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

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 $15\text{ °C} \pm 1\text{ °C}$ pendant 15 min.

Filtrer les cristaux, si nécessaire avec une légère aspiration, sur l'entonnoir de Büchner, 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.

9.1.2.3 Répéter le mode opératoire de 9.1.2.2.

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

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

Poursuivre les opérations selon 9.3.

9.2 Méthode II

9.2.1 Prise d'essai

Peser environ 20 g de l'échantillon pour essai (article 8) dans un tube à centrifuger ou une éprouvette (6.8).

9.2.2 Préparation des triglycérides

9.2.2.1 Ajouter à la prise d'essai 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 °C ± 2 °C pendant environ 18 h.

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

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

9.2.2.3 Ajouter 20 ml d'acétone (5.2) à 30 °C. Agiter et isoler les cristaux comme décrit en 9.2.2.2.

9.2.2.4 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 Büchner (6.9), 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.

9.2.2.5 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 pendant 15 min.

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

Poursuivre les opérations selon 9.3.

9.3 Préparation des acides gras

AVERTISSEMENT — Il est essentiel que la préparation des acides gras soit effectuée dans une atmosphère exempte d'ammoniac (NH₃), de façon à éviter la formation de sels d'ammonium qui affectent le point de fusion des acides.

9.3.1 Mettre de côté une quantité suffisante de triglycérides pulvérisés (9.1.2.4 ou 9.2.2.5) en vue de la détermination du point de fusion.

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

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

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

9.3.3 Ajouter 50 ml d'eau à environ 75 °C pour dissoudre le savon et transvaser la solution dans l'ampoule à décanter de 250 ml (6.12).

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

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

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.

9.3.4 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 à l'orangé de méthyle (5.9). Après le dernier lavage, éliminer complètement la couche inférieure.

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

9.3.5 Évaporer le solvant au bain d'eau.

Placer le bécher dans l'étuve (6.11) réglée à 103 °C ± 2 °C, et l'y laisser durant 15 min à 20 min.

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

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

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

9.4 Détermination des points de fusion

9.4.1 Remplir un tube capillaire (6.4) avec les triglycérides pulvérisés (9.1.2.4 ou 9.2.2.5) mis de côté en 9.3.1. Tasser la poudre sur une hauteur d'environ 5 mm, par exemple en laissant tomber le tube capillaire placé dans un tube en verre, d'une hauteur suffisante sur un socle en bois.

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

9.4.2 Remplir un autre tube capillaire avec les acides gras pulvérisés (9.3.6), de la même façon que celle décrite en 9.4.1 et le plus rapidement possible après leur préparation. Faire fondre le contenu du tube à environ 70 °C, pendant 5 min, et laisser solidifier par refroidissement.

9.4.3 Placer les deux tubes capillaires 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 capillaires sur le thermomètre, veiller à ce que les axes du réservoir à mercure et les tubes contenant les échantillons soient au même niveau.

9.4.4 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.

9.5 Nombre de déterminations

Effectuer deux déterminations complètes sur le même échantillon pour essai (article 8).

10 Expression des résultats

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.

Prendre comme résultat la moyenne arithmétique des deux déterminations, si les conditions de répétabilité (article 11) sont remplies.

Donner le résultat avec une décimale.

NOTE — Si les conditions ne sont pas remplies, il convient de répéter la détermination des points de fusion (9.4). Ce n'est que si les conditions ne sont pas encore remplies qu'il y a lieu de répéter le mode opératoire complet (article 9).

11 Répétabilité

La différence entre les valeurs de deux déterminations, effectuées rapidement l'une après l'autre (ou simultanément), par le même analyste utilisant le même appareillage sur le même échantillon pour essai, ne doit pas dépasser 0,5.

12 Rapport d'essai

Le rapport 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 tous 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 rapport d'essai doit donner tous les renseignements nécessaires à l'identification complète de l'échantillon.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3577:1988

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a77a17f5-0b55-4f13-89ef-a289efd89723/iso-3577-1988>