

NORME INTERNATIONALE

ISO
3596-2

Première édition
1988-06-01



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

**Corps gras d'origines animale et végétale —
Détermination de la teneur en matières
insaponifiables —**

Partie 2 :

Méthode rapide par extraction à l'hexane

*Animal and vegetable fats and oils — Determination of unsaponifiable matter —
Part 2 : Rapid method using hexane extraction*

Numéro de référence
ISO 3596-2 : 1988 (F)

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 3596-2 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits agricoles alimentaires*.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/feb5464c-4f9d-419b-8a25-a5a3350b6615/iso-3596-2-1988>

L'ISO 3596 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Corps gras d'origines animale et végétale — Détermination de la teneur en matières insaponifiables*

Partie 1 : Méthode par extraction à l'oxyde diéthylique (méthode de référence)

Partie 2 : Méthode rapide par extraction à l'hexane

Corps gras d'origines animale et végétale — Détermination de la teneur en matières insaponifiables —

Partie 2 : Méthode rapide par extraction à l'hexane

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 3596 prescrit une méthode rapide à trois extractions à l'hexane pour la détermination de la teneur en matières insaponifiables des corps gras d'origines animale et végétale.

La méthode est applicable à tous les corps gras mais pas aux cires. Cependant, elle donne par rapport à la méthode de référence de l'ISO 3596-1 des résultats systématiquement par défaut, plus particulièrement avec certains corps gras ayant une teneur élevée en matières insaponifiables comme, par exemple, les corps gras provenant d'animaux marins.

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 partie de l'ISO 3596. Au moment de la publication de cette partie de l'ISO 3596, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur cette partie de l'ISO 3596 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 essai.*

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

3 Définition

Pour les besoins de la présente partie de l'ISO 3596, la définition suivante s'applique.

matières insaponifiables : Toutes les substances présentes dans le produit qui, après saponification de ce dernier par

l'hydroxyde de potassium et extraction par l'hexane, ne sont pas volatiles dans les conditions opératoires spécifiées.

NOTE — Les matières insaponifiables comprennent des constituants naturels des matières grasses tels les stérols, les hydrocarbures et alcools supérieurs, aliphatiques et terpéniques, ainsi que les substances organiques étrangères extraites par le solvant et non volatiles à 103 °C (par exemple huiles minérales) qu'elles peuvent éventuellement contenir.

4 Principe

Saponification du corps gras par traitement à l'ébullition à reflux avec une solution éthanolique d'hydroxyde de potassium. Extraction de l'insaponifiable de la solution de savon par l'hexane ou, à défaut, l'éther de pétrole. Évaporation du solvant et pesée du résidu après séchage.

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 *n*-hexane, ou à défaut, **éther de pétrole**, d'intervalle de distillation compris entre 40 et 60 °C, d'indice de brome inférieur à 1. Ces deux solvants doivent être exempts de résidus.

5.2 Éthanol, solution à 10 % (V/V).

5.3 Phénolphthaléine, solution à 10 g/l dans l'éthanol à 95 % (V/V).

5.4 Hydroxyde de potassium, solution éthanolique, c(KOH) ≈ 1 mol/l.

Dissoudre 60 g d'hydroxyde de potassium dans 50 ml d'eau et diluer à 1 000 ml avec de l'éthanol à 95 % (V/V). La solution doit être incolore ou jaune paille.

6 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et notamment :

6.1 Ballons, à fond rond, de 250 ml de capacité, à col rodé.

6.2 Réfrigérant à reflux, avec joint rodé adaptable aux ballons (6.1).

6.3 Ampoules à décanter, de 250 ml de capacité, avec robinets et bouchons en polytétrafluoréthylène.

6.4 Bain d'eau bouillante.

6.5 Étuve, réglable à $103\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$, ou **appareil de séchage sous pression réduite**, par exemple, évaporateur rotatif ou appareil équivalent.

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 Prise d'essai

Peser, à 0,01 g près, dans un ballon de 250 ml (6.1) environ 5 g de l'échantillon pour essai (chapitre 8).

9.2 Saponification

Ajouter 50 ml de la solution d'hydroxyde de potassium (5.4) et quelques régularisateurs d'ébullition. Adapter le réfrigérant à reflux (6.2) au ballon et chauffer le contenu pendant 1 h à légère ébullition. Arrêter le chauffage. Ajouter 50 ml d'eau par le haut du réfrigérant et agiter en tournant.

9.3 Extraction des matières insaponifiables

Après refroidissement, transvaser la solution dans une ampoule à décanter de 250 ml (6.3). Rincer le ballon et les régularisateurs d'ébullition plusieurs fois avec de l'hexane (5.1), en utilisant au total 50 ml d'hexane, et verser les liquides de rinçage dans l'ampoule à décanter. Boucher et agiter énergiquement pendant 1 min, en équilibrant périodiquement la pression par retournement de l'ampoule à décanter et ouverture du robinet.

Laisser reposer jusqu'à séparation complète des deux phases, puis soutirer la phase inférieure le plus complètement possible en la recueillant dans une seconde ampoule à décanter.

NOTE — S'il se forme une émulsion, la détruire par addition de petites quantités d'éthanol ou de solution concentrée d'hydroxyde de potassium ou de chlorure de sodium.

Procéder à deux nouvelles extractions de la phase savonneuse, en utilisant à chaque fois de la même façon 50 ml d'hexane. Rassembler les trois extraits hexaniques dans une ampoule à décanter.

9.4 Lavage des extraits hexaniques

Laver l'ensemble des extraits hexaniques trois fois avec des fractions de 25 ml de solution d'éthanol (5.2), en agitant énergiquement et en éliminant après chaque lavage la solution hydroalcoolique. Soutirer chaque solution de lavage jusqu'à ce qu'il en reste 2 ml, puis faire tourner l'ampoule à décanter autour de son axe. Attendre quelques minutes pour permettre au reste de la phase hydroalcoolique de se rassembler et l'éliminer; fermer le robinet quand la phase hexanique atteint l'orifice du robinet.

Poursuivre le lavage avec la solution d'éthanol jusqu'à ce que le lavage ne donne plus une coloration rose après ajout d'une goutte de solution de phénolphtaléine (5.3).

9.5 Évaporation du solvant

Par le haut de l'ampoule à décanter, transvaser quantitativement, en plusieurs fois, si nécessaire, la solution hexanique dans un ballon de 250 ml (6.1) préalablement séché à $103\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ dans l'étuve (6.5), refroidi et taré à 0,1 mg près. Évaporer le solvant sur bain d'eau bouillante (6.4).

9.6 Séchage du résidu et détermination

Sécher le résidu pendant 15 min à l'étuve (6.5), réglée à $103\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ en plaçant le ballon en position presque horizontale. Laisser refroidir au dessiccateur et peser à 0,1 mg près.

On peut également relier le ballon à l'appareil de séchage sous pression réduite (6.5) et sécher sur le bain d'eau bouillante sous la pression réduite maximale de la trompe à eau pendant environ 15 min. Laisser refroidir à température ambiante sous la pression réduite maximale, nettoyer soigneusement le ballon et le peser à 0,1 mg près.

Sécher à nouveau pendant des périodes de 15 min, jusqu'à ce que la perte de masse entre deux pesées successives soit inférieure à 1,5 mg. Si la masse constante n'est pas obtenue après trois périodes de séchage, il est probable que les matières insaponifiables contiennent des substances étrangères et la détermination doit être répétée.

NOTE — Si l'on estime qu'une correction des acides gras libres est nécessaire, après pesée du résidu, le dissoudre dans 4 ml d'oxyde diéthylique et ajouter ensuite 20 ml d'éthanol préalablement neutralisé jusqu'à obtention d'une couleur rose pâle en présence de solution de phénolphtaléine (5.3) comme indicateur. Titrer avec une solution titrée d'hydroxyde de potassium $c(\text{KOH}) = 0,1\text{ mol/l}$ jusqu'à obtention de la même couleur. Calculer la masse des acides gras libres, en acide oléique, et corriger la masse du résidu en conséquence (voir chapitre 10).

9.7 Nombre de déterminations

Effectuer deux déterminations sur le même échantillon pour essai.

9.8 Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc en suivant le même mode opératoire et en utilisant les mêmes quantités de tous les réactifs, à l'exclusion de la prise d'essai. Si le résidu est supérieur à 1,5 mg, reconsidérer la technique et les réactifs.

10 Expression des résultats

La teneur en matières insaponifiables, en pourcentage en masse de l'échantillon, est égale à :

$$\frac{100 (m_1 - m_2 - m_3)}{m_0}$$

où

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai;

m_1 est la masse, en grammes, du résidu;

m_2 est la masse, en grammes, du résidu obtenu avec le blanc;

m_3 est la masse, en grammes, des acides gras libres éventuellement présents (voir note en 9.6) et est égale à $0,28 V c$

où

V est le volume, en millilitres, de la solution éthanolique titrée d'hydroxyde de potassium utilisée pour le titrage;

c est la concentration exacte, en moles par litre, de la solution éthanolique titrée d'hydroxyde de potassium.

Prendre comme résultat la moyenne arithmétique des deux déterminations.

11 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit indiquer la méthode utilisée et les résultats obtenus. Il doit, en outre, mentionner tous les détails opératoires non prévus dans la présente partie de l'ISO 3596, 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.

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3596-2:1988

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/feb5464c-4f9d-419b-8a25-a5a3350b6615/iso-3596-2-1988>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3596-2:1988

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/feb5464c-4f9d-419b-8a25-a5a3350b6615/iso-3596-2-1988>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3596-2:1988

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/feb5464c-4f9d-419b-8a25-a5a3350b6615/iso-3596-2-1988>

CDU [664.3 + 665.2/ .3]:543.855

Descripteurs : produit agricole, corps gras animal, corps gras végétal, huile animale, huile végétale, analyse chimique, dosage, matière insaponifiable, méthode par extraction.

Prix basé sur 3 pages
