
Norme internationale



3961

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

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

Animal and vegetable oils and fats — Determination of iodine value

Première édition — 1979-12-15

CDU 664.3 : 543.852.44

Réf. n° : ISO 3961-1979 (F)

Descripteurs : corps gras, huile, analyse chimique, dosage, indice d'iode.

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 confiée aux comités techniques de l'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 3961 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits agricoles alimentaires*, et a été soumise aux comités membres en octobre 1975.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

Afrique du Sud, Rép. d'	France	Pologne
Allemagne, R.F.	Ghana	Portugal
Australie	Hongrie	Roumanie
Autriche	Inde	Royaume-Uni
Belgique	Iran	Tchécoslovaquie
Canada	Israël	Thaïlande
Chili	Mexique	Turquie
Corée, Rép. de	Nouvelle-Zélande	Yougoslavie

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

NOTE — La méthode décrite dans la présente Norme internationale est techniquement équivalente à la méthode IUPAC II.D.7.3.

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

1 OBJET

La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination de l'indice d'iode selon la technique de Wijs.

2 DOMAINE D'APPLICATION

La méthode est applicable à tous les corps gras d'origines animale et végétale, destinés aux consommations humaine et animale.

3 RÉFÉRENCES

ISO/R 385, *Burettes*.

ISO 648, *Verrerie de laboratoire — Pipettes à un trait*.

4 DÉFINITION

indice d'iode : Quantité de monochlorure d'iode, exprimée en grammes d'iode, absorbée par 100 g du produit, dans les conditions opératoires décrites.

5 PRINCIPE

Addition, à une prise d'essai, d'une solution de monochlorure d'iode dans un mélange formé d'acide acétique et de tétrachlorure de carbone. Après un temps donné de réaction, réduction de l'excès de monochlorure d'iode par addition d'une solution d'iodure de potassium et d'eau, et titrage de l'iode libéré par une solution titrée de thiosulfate de sodium.

6 RÉACTIFS

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

6.1 Iodure de potassium, solution à 100 g/l, exempte d'iode libre ou d'iodate.

6.2 Emplois d'amidon.

Mélanger 5 g d'amidon soluble avec 30 ml d'eau, ajouter ce mélange à 1 000 ml d'eau bouillante, et laisser bouillir durant 3 min.

6.3 Thiosulfate de sodium, solution titrée 0,1 N.

6.4 Acide acétique cristallisable, exempt d'éthanol et de matières oxydables.

6.5 Tétrachlorure de carbone, exempt de matières oxydables.

NOTE — Vérifier l'absence de matières oxydables dans chacun des réactifs 6.4 et 6.5, en agitant 10 ml du réactif avec 1 ml de solution saturée de dichromate de potassium, et 2 ml d'acide sulfurique concentré, ρ_{20} 1,84 g/ml. Aucune coloration verte ne doit apparaître.

6.6 Monochlorure d'iode, solution dans un mélange acide acétique/tétrachlorure de carbone (réactif de Wijs).

Ce réactif existe dans le commerce. Il peut être préparé de la manière suivante :

Dans un flacon en verre brun de 1 500 ml, peser 9 g de trichlorure d'iode (ICl_3), les dissoudre dans un mélange formé de 700 ml de l'acide acétique cristallisable (6.4) et de 300 ml du tétrachlorure de carbone (6.5).

Prendre 5 ml de la solution et ajouter 5 ml de la solution d'iodure de potassium (6.1) et 30 ml d'eau. Titrer l'iode libéré avec la solution de thiosulfate de sodium (6.3), en présence de quelques gouttes de l'empois d'amidon (6.2) comme indicateur.

Ajouter 10 g d'iode pur bisublimé au réactif et les dissoudre complètement par agitation. Titrer l'iode libre comme précédemment. Cette teneur doit être égale à une fois et demie celle de la première détermination. Dans le cas contraire, ajouter une faible quantité d'iode pur bisublimé jusqu'à ce que la teneur dépasse légèrement la limite d'une fois et demie, car il ne doit subsister aucune trace de trichlorure d'iode, ce dernier provoquant des réactions secondaires.

Laisser décanter la solution, puis verser le liquide limpide dans un flacon jaune ou brun. Si la solution est conservée dans un flacon bien bouché, à l'abri de la lumière, elle peut être utilisée pendant plusieurs mois.

NOTE — Si l'on ne dispose pas de trichlorure d'iode, le réactif de Wijs peut être préparé à partir de monochlorure d'iode (ICl), de la manière suivante :

Dissoudre 19 g de monochlorure d'iode dans 700 ml de l'acide acétique cristallisable (6.4) et 300 ml du tétrachlorure de carbone

(6.5). Après addition de quelques milligrammes d'iode pur bisublimé, titrer l'iode libre comme décrit précédemment. Diluer, si nécessaire, avec le mélange de solvants spécifié, jusqu'à ce que 5 ml du réactif correspondent à environ 10 ml de la solution de thiosulfate de sodium (6.3).

La composition correcte du réactif devrait être déterminée selon le mode opératoire suivant :

a) Dans une fiole à col large, d'environ 250 ml, munie d'un bouchon en verre rodé, introduire 50 ml d'une solution d'acide chlorhydrique à 50 % (V/V) et 50 ml de tétrachlorure de carbone. Ajouter exactement 25 ml du réactif de Wijs, préparé à partir de monochlorure d'iode, et mélanger.

Titre l'iode libre présent dans la couche rouge-violet du tétrachlorure de carbone avec une solution d'iodate de potassium 0,04 N, en agitant vigoureusement jusqu'à ce que la couche devienne incolore.

Si la couche de tétrachlorure de carbone est déjà incolore, cela signifie que le réactif de Wijs ne contient pas d'iode libre et donc que le rapport de l'iode au chlore est inférieur à 1; dans ce cas, il est nécessaire d'ajouter, aux 25 ml de la solution préparée de réactif de Wijs, une quantité d'iode pur bisublimé permettant de développer la coloration rouge-violet. Calculer ensuite la quantité d'iode nécessaire pour la totalité du réactif de Wijs et la dissoudre dans cette solution. Recommencer encore une fois comme décrit précédemment et titrer l'iode libre présent dans la couche rouge-violet du tétrachlorure de carbone avec une solution d'iodate de potassium 0,04 N.

b) Dans une deuxième fiole à col large, d'environ 250 ml, munie d'un bouchon en verre rodé, introduire exactement 25 ml de réactif de Wijs renfermant suffisamment d'iode libre. Ajouter 15 ml d'une solution d'iodure de potassium à 150 g/l et environ 150 ml d'eau.

Agiter et titrer l'iode libéré au moyen de la solution de thiosulfate de sodium (6.3), en présence de quelques gouttes de l'empois d'amidon (6.2) comme indicateur; agiter vigoureusement à la fin du titrage.

Calcul

$$\frac{\text{iode}}{\text{chlore}} = \frac{V_1 T_1 + V_2 T_2}{V_1 T_1 - V_2 T_2}$$

V_1 est le volume, en millilitres, de la solution de thiosulfate de sodium (6.3), utilisé pour déterminer l'iode du monochlorure d'iode;

V_2 est le volume, en millilitres, de la solution d'iodate de potassium 0,04 N, utilisé pour déterminer l'iode libre;

T_1 est la normalité exacte de la solution de thiosulfate de sodium (6.3) utilisée;

T_2 est la normalité exacte de la solution d'iodate de potassium utilisée.

Il est à noter que lorsqu'il s'agit de vérifier seulement si le réactif de Wijs contient réellement un léger excès d'iode, on peut s'arrêter au titrage décrit au point a) du mode opératoire. Au moment où la couche de tétrachlorure de carbone se colore — soit directement après addition de 25 ml du réactif de Wijs à la solution d'acide chlorhydrique et de tétrachlorure de carbone, soit après avoir dissous une quantité suffisante d'iode pur bisublimé dans le réactif de Wijs — il est évident que le rapport à déterminer est plus grand que 1.

7 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et notamment :

7.1 Nacelles en verre, de capacité appropriée à la prise d'essai.

7.2 Flacons en verre, à col large, munis de bouchons rodés (par exemple fioles à l'indice d'iode), de capacité environ 250 ml.

7.3 Burettes, de 50 ml, graduées en 0,1 ml, conformes à l'ISO/R 385.

7.4 Pipettes, de 20 et 25 ml, conformes à l'ISO/R 648.

7.5 Balance analytique.

NOTE — L'appareillage doit être parfaitement propre et sec.

8 ÉCHANTILLONNAGE

L'échantillonnage des corps gras d'origines animale et végétale fera l'objet d'une Norme internationale ultérieure.

9 MODE OPÉRATOIRE

9.1 Prise d'essai

La masse de la prise d'essai varie de la façon suivante, selon l'indice d'iode présumé :

Indice d'iode présumé	Prise d'essai g
inférieur à 5	3,00
5 à 20	1,00
21 à 50	0,40
51 à 100	0,20
101 à 150	0,13
151 à 200	0,10

Faire fondre l'échantillon, si nécessaire, à une température d'environ 10 °C au-dessus du point de fusion et filtrer, à cette température, sur un papier filtre sec pour filtration rapide sur lequel on aura placé 4 g de sulfate de sodium anhydre et 1 g d'adjuvant de filtration. Le filtrat doit être parfaitement limpide.

9.2 Détermination

La détermination doit être effectuée à la température ambiante.

Peser la prise d'essai, à 0,001 g près, dans une nacelle en verre (7.1). L'introduire dans un flacon de 250 ml (7.2). Ajouter 15 ml du tétrachlorure de carbone (6.5) pour dissoudre la matière grasse. Ajouter exactement 25 ml du réactif de Wijs (6.6), boucher, agiter doucement et placer le flacon dans un endroit sombre.

Pour les produits ayant un indice d'iode inférieur à 150, laisser le flacon dans un endroit sombre durant 1 h; pour ceux ayant un indice d'iode supérieur à 150, et pour des produits polymérisés ou des produits considérablement oxydés, le laisser durant 2 h.

Après ce temps, ajouter 20 ml de la solution d'iodure de potassium (6.1) et 150 ml d'eau.

Titrer avec la solution de thiosulfate de sodium (6.3) jusqu'à ce que la couleur jaune due à l'iode ait presque disparu. Ajouter quelques gouttes de l'empois d'amidon (6.2) et poursuivre le titrage jusqu'au moment où la couleur bleue disparaît après avoir agité très vigoureusement.

NOTE — Il est possible d'effectuer un titrage potentiométrique.

Effectuer deux déterminations sur le même échantillon pour essai.

9.3 Essai à blanc

Effectuer, en même temps, un essai à blanc dans les mêmes conditions.

10 EXPRESSION DES RÉSULTATS

10.1 Mode de calcul et formule

L'indice d'iode est égal à

$$\frac{12,69 T_1 (V_3 - V_4)}{m}$$

où

T_1 est la normalité exacte de la solution de thiosulfate de sodium (6.3) utilisée;

V_3 est le volume, en millilitres, de la solution de thiosulfate de sodium (6.3), utilisé pour l'essai à blanc;

V_4 est le volume, en millilitres, de la solution de thiosulfate de sodium (6.3), utilisé pour la détermination;

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai.

10.2 Répétabilité

La différence entre les résultats de deux déterminations, effectuées simultanément ou rapidement l'une après l'autre par le même analyste, ne doit pas dépasser 0,4 unité d'indice d'iode.

11 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

Le procès-verbal 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 Norme internationale, ou facultatifs (par exemple temps de réaction — voir 9.2), ainsi que les incidents éventuels susceptibles d'avoir agi sur les résultats.

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

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3961:1979

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e6f82073-4f8f-4447-b104-4e68fdd96911/iso-3961-1979>

