

---

# NORME INTERNATIONALE 3976

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

---

## Matière grasse de lait déshydratée – Détermination de l'indice de peroxyde (Méthode de référence)

*Anhydrous milk fat – Determination of peroxide value (Reference method)*

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
Première édition – 1977-11-15  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO 3976:1977](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4abd10af-2435-4138-af13-2b57dc3bb3e8/iso-3976-1977>

---

CDU 637.143 : 637.127.1 : 543.852.46

Réf. n° : ISO 3976-1977 (F)

**Descripteurs** : produit laitier, lait, corps gras, analyse chimique, dosage, oxygène, indice de peroxyde.

## 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 3976 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits agricoles alimentaires*, et a été soumise aux comités membres en septembre 1975.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée : [ISO 3976:1977](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4abd10af-2435-4138-af13-2b57dc360788/iso-3976)  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4abd10af-2435-4138-af13-2b57dc360788/iso-3976>

Afrique du Sud, Rép. d'	Espagne	Nouvelle-Zélande
Allemagne	France	Pays-Bas
Australie	Ghana	Pologne
Autriche	Hongrie	Portugal
Belgique	Inde	Roumanie
Bulgarie	Iran	Tchécoslovaquie
Canada	Israël	Turquie
Égypte, Rép. arabe d'	Mexique	Yougoslavie

Le comité membre du pays suivant l'a désapprouvée pour des raisons techniques :

Royaume-Uni

NOTE — La méthode spécifiée dans la présente Norme internationale a été élaborée par un groupe d'experts mixte de la FIL (Fédération internationale de laiterie), de l'AOAC (Association des chimistes analytiques officiels, U.S.A.) et de l'ISO. La méthode sera incluse dans le Code de principes FAO/OMS concernant le lait et les produits laitiers et les normes connexes.

# Matière grasse de lait déshydratée – Détermination de l'indice de peroxyde (Méthode de référence)

## 1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme internationale spécifie une méthode de référence pour la détermination de l'indice de peroxyde de la matière grasse de lait déshydratée et produits dérivés.

La méthode est applicable à la matière grasse de lait déshydratée, à l'huile de beurre anhydre (matière grasse butyrique anhydre), à l'huile de beurre (matière grasse butyrique) ou ghee, ayant un indice de peroxyde ne dépassant pas 1,0.

NOTE – Ces produits sont définis dans la norme FIL 68 : 1971.

Elle n'est pas applicable aux produits contenant des gallates comme antioxydants.

## 2 RÉFÉRENCE

ISO/R 707, *Lait et produits laitiers – Méthode d'échantillonnage*.

## 3 DÉFINITION

**indice de peroxyde**: Nombre de milliéquivalents d'oxygène par kilogramme de matière grasse de lait déshydratée, déterminé selon la méthode décrite.

## 4 PRINCIPE

Mise en solution d'une prise d'essai dans un mélange de chloroforme et de méthanol, puis addition de chlorure de fer(II) et de thiocyanate d'ammonium. Enfin, après une durée de réaction déterminée, dosage photométrique de la quantité de complexe rouge de fer(III) formé.

## 5 RÉACTIFS

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

### 5.1 Chloroforme-méthanol, mélange.

Mélanger 70 volumes de chloroforme (trichlorométhane) à 30 volumes de méthanol anhydre.

### 5.2 Chlorure de fer(II), solution.

Préparer cette solution à l'abri de la lumière directe.

Dissoudre 0,4 g environ de chlorure de baryum dihydraté ( $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) dans 50 ml environ d'eau.

Dissoudre 0,5 g environ de sulfate de fer(II) heptahydraté ( $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ) dans 50 ml environ d'eau.

Verser doucement la solution de chlorure de baryum, en agitant constamment, dans la solution de sulfate de fer(II) et ajouter approximativement 2 ml d'acide chlorhydrique 10 N environ.

Laisser reposer le précipité de sulfate de baryum ou bien centrifuger le mélange de sorte que le liquide surnageant soit limpide. Décanter la solution claire dans un flacon en verre brun. Ne pas conserver la solution plus de 1 semaine.

NOTE – La solution de chlorure de fer(II) peut également être préparée en dissolvant 0,35 g environ de chlorure de fer(II) tétrahydraté ( $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ) dans 100 ml environ d'eau et en ajoutant 2 ml d'acide chlorhydrique 10 N environ.

### 5.3 Thiocyanate d'ammonium, solution.

Dissoudre 30 g environ de thiocyanate d'ammonium ( $\text{NH}_4\text{SCN}$ ) dans de l'eau et compléter à 100 ml. Si la solution n'est pas incolore, la décolorer en l'extrayant à plusieurs reprises avec de petites quantités (par exemple des fractions de 5 ml) d'alcool iso-amyle (méthyl-3 butanol-1).

### 5.4 Chlorure de fer(III), solution étalon correspondant à 10 µg de Fe par millilitre.

Dissoudre 0,500 g de fer en poudre ou de fil de fer dans 50 ml environ d'acide chlorhydrique 10 N et 1 à 2 ml de solution de peroxyde d'hydrogène à 30 % (m/m) environ.

Éliminer l'excès de peroxyde d'hydrogène en faisant bouillir durant 5 min. Refroidir à la température ambiante et compléter avec de l'eau à 500 ml dans une fiole jaugée. Prélever, à l'aide d'une pipette, 1 ml de cette solution, l'introduire dans une fiole jaugée de 100 ml, compléter au volume avec le mélange de chloroforme et de méthanol (5.1) et homogénéiser.

### 5.5 Acide chlorhydrique, solution 0,2 N environ.

Prélever 2 ml d'acide chlorhydrique 10 N environ et diluer à 100 ml avec de l'eau.

## 6 APPAREILLAGE

### 6.1 Balance analytique.

**6.2 Burettes**, de capacité 10 ml, graduées en 0,02 ml, conformes à l'ISO/R 385, classe A.

**6.3 Pipettes graduées**, de capacité 1 ml, graduées en 0,05 ml, conformes à l'ISO/R 835, classe A.

NOTE — Des pipettes de capacité inférieure (non couvertes par l'ISO/R 835) peuvent également être utilisées.

**6.4 Photomètre**, permettant les mesurages à une longueur d'onde de 500 nm, avec cuves appropriées (de préférence cylindriques), de capacité 15 ml au moins et de parcours optique 15 mm au moins.

## 7 ÉCHANTILLONNAGE

Voir ISO/R 707, « Instructions générales ».

L'échantillon pour laboratoire doit être reçu dans un récipient étanche à l'air, muni d'une fermeture de sécurité, rempli au moins aux trois quarts et à l'abri de la lumière. Noter dans le procès-verbal d'essai tout échantillon pour laboratoire ne satisfaisant pas à ces conditions.

## 8 MODE OPÉRATOIRE

### 8.1 Préparation de l'échantillon pour essai

Effectuer cette préparation, dans la mesure du possible, à l'abri de la lumière directe.

Rendre complètement liquide l'échantillon pour laboratoire, si nécessaire en chauffant le récipient, non ouvert, à la plus basse température permettant cette liquéfaction. Homogénéiser l'échantillon rendu liquide en prenant soin, dans la mesure du possible, d'éviter l'inclusion d'air. Effectuer la détermination sans délai pendant que le produit est encore liquide.

### 8.2 Précautions

Afin d'éviter l'oxydation des lipides, observer les précautions suivantes :

**8.2.1** Éviter d'exposer l'échantillon à la lumière.

**8.2.2** Faire en sorte que la détermination, de 8.3.1 à 8.3.5 inclus, y compris le temps de réaction de 5 min, soit effectuée en moins de 10 min.

**8.2.3** Dans la mesure du possible, effectuer l'essai à l'abri de la lumière.

### 8.3 Détermination

**8.3.1** Peser, à 0,001 g près, dans une cuve du photomètre (6.4), 0,3 g environ de l'échantillon pour essai (8.1). Noter le temps (voir 8.3.5).

**8.3.2** Ajouter immédiatement, dans la cuve, 9,60 ml du mélange de chloroforme et de méthanol (5.1) à l'aide d'une burette (6.2); mélanger doucement pour dissoudre la prise d'essai.

NOTE — Pour des déterminations en série, il peut être avantageux d'effectuer les analyses dans des cuves pour photomètre cylindriques et munies de couvercles en verre rodé.

**8.3.3** À l'aide d'une pipette graduée (6.3), ajouter 0,05 ml de la solution de thiocyanate d'ammonium (5.3) et homogénéiser.

**8.3.4** Mesurer l'absorbance (absorbance à blanc de la matière grasse,  $E_0$ ) à 500 nm par rapport au mélange de chloroforme et de méthanol contenu dans une cuve identique.

**8.3.5** À l'aide d'une pipette graduée (6.3), ajouter 0,05 ml de la solution de chlorure de fer(II) (5.2), mélanger et attendre 5 min mesurées au moyen d'un réveil ou d'un chronomètre, puis mesurer l'absorbance ( $E_2$ ) à 500 nm par rapport au mélange de chloroforme et de méthanol. Cette opération doit être réalisée dans les 10 min qui suivent le temps noté en 8.3.1.

**8.3.6** Effectuer un essai à blanc en introduisant, dans une cuve du photomètre, 9,90 ml du mélange de chloroforme et de méthanol (sans la prise d'essai) et en suivant le mode opératoire décrit en 8.3.3 et 8.3.5.

(L'absorbance observée est l'absorbance à blanc des réactifs,  $E_1$ .)

### 8.4 Courbe d'étalonnage

Dans quatre cuves, introduire, à l'aide d'une burette (6.2) 0,25 — 0,5 — 1 et 2 ml de la solution étalon de chlorure de fer(III) (5.4) de manière à réaliser une série renfermant respectivement 2,5 — 5 — 10 et 20  $\mu\text{g}$  d'ion  $\text{Fe}^{3+}$ .

À l'aide d'une burette (6.2), ajouter, dans ces quatre cuves, respectivement 9,65 — 9,4 — 8,9 et 7,9 ml du mélange de chloroforme et de méthanol (5.1). À l'aide d'une pipette graduée (6.3), ajouter, dans chacune des cuves, 0,05 ml de la solution de thiocyanate d'ammonium (5.3) et, à l'aide d'une autre pipette graduée, 0,05 ml de la solution d'acide chlorhydrique (5.5), et homogénéiser. Noter, pour chaque cuve, le temps correspondant à ce stade.

Après une durée de réaction de 5 min pour chaque cuve, mesurer les absorbances à 500 nm par rapport au mélange de chloroforme et de méthanol contenu dans une cuve identique.

Porter sur un graphique les absorbances mesurées en fonction des masses d'ion  $\text{Fe}^{3+}$  exprimées en microgrammes.

Tracer la ligne droite qui correspond le mieux à ces divers points.

## 9 EXPRESSION DES RÉSULTATS

### 9.1 Mode de calcul et formules

#### 9.1.1 À partir de la différence des absorbances

$$E_2 - (E_0 + E_1)$$

et au moyen de la courbe d'étalonnage ou au moyen du facteur établi d'après cette courbe, calculer la quantité ( $m$ ) d'ion  $\text{Fe}^{3+}$ , en microgrammes.

$E_0$  est l'absorbance mesurée de la façon décrite en 8.3.4.

$E_1$  est l'absorbance mesurée de la façon décrite en 8.3.6.

$E_2$  est l'absorbance mesurée de la façon décrite en 8.3.5.

9.1.2 L'indice de peroxyde de la matière grasse, exprimé en milliéquivalents d'oxygène par kilogramme, est égal à

$$\frac{m}{55,84 m_0}$$

où

$m$  est la masse, en microgrammes, d'ion  $\text{Fe}^{3+}$ , calculée de la façon décrite en 9.1.1;

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

Exprimer le résultat à 0,01 unité d'indice de peroxyde près.

### 9.2 Répétabilité

La différence entre les résultats de deux déterminations, effectuées simultanément ou rapidement l'une après l'autre par le même analyste utilisant le même appareillage, ne doit pas dépasser 0,05 unité d'indice de peroxyde.

## 10 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, 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 3976:1977

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4abd10af-2435-4138-af13-2b57dc3bb3e8/iso-3976-1977>

Page blanche

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 3976:1977

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4abd10af-2435-4138-af13-2b57dc3bb3e8/iso-3976-1977>

Page blanche

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 3976:1977

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4abd10af-2435-4138-af13-2b57dc3bb3e8/iso-3976-1977>

Page blanche

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 3976:1977

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4abd10af-2435-4138-af13-2b57dc3bb3e8/iso-3976-1977>