**État des évolutions :**

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| **Version** | **Date** | **Objet** | **Pages** |
| V1 | 01/09/17 | Création du document | Toutes |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |

1. **Définition :**

**Indice d’iode (II)**

Masse d’halogène, exprimée sous forme d’iode, absorbée par la prise d’essai selon le mode opératoire spécifié, divisée par la masse de la prise d’essai

Note 1: L’II est exprimé en grammes pour 100 g de corps gras.

1. **Principe :**

Dissolution d’une prise d’essai dans du solvant et addition de réactif de Wijs. Après un temps donné, addition d’iodure de potassium et d’eau, et titrage de l’iode libéré par une solution de thiosulfate de sodium.

1. **OBJET DU MODE OPERATOIRE:**

Le présent mode opératoire a pour objet de définir une technique pratique de détermination de l’indice d’iode pour les corps gras d’origines animale et végétale.

1. **DOMAINE D’APPLICATION :**

Le présent mode opératoire s’applique à tous les échantillons de corps gras d’origine végétale au niveau du processus production de la Biscuiterie, Chocolaterie et confiserie SOBCO**.**

1. **DOCUMENTS DE REFERENCE :**

- Norme Internationale ISO 3961 (Cinquième édition 2013-07-15).

1. **DEFINITIONS ET ABREVIATIONS:**

II : Indice d’iode

ml**:** millilitre.

1. **RESPONSABILITÉS :**

- Le Responsable Contrôle Qualité a la responsabilité de la vérification de l’application et de la mise à jour du présent mode opératoire.

- L’ingénieur et le technicien du laboratoire ont la responsabilité de la stricte application du présent mode opératoire.

1. **CONTENU :**
2. **Moyens matériels :**

Matériel courant de laboratoire et, en particulier, ce qui suit.

* **Nacelles en verre**, appropriées à la prise d’essai et pouvant être placées dans les fioles.
* **Fioles coniques**, de 500 ml de capacité, munies de bouchons rodés en verre et sans aucune

trace d’humidité.

* **Balance analytique**, précision de lecture de 0,000 1 g et précision de pesage de 0,001 g.
* **Fiole jaugée**, de 1 000 ml de capacité.
* **Pipette**, de 25 ml de capacité, automatique équipée d’un réservoir d’aspiration.
* **Burette,** 25 ml et 50 ml de capacité, graduée en divisions de 0,1 ml.

1. **Réactifs :**

* **Eau**.
* **Iodure de potassium**, solution ayant une concentration en masse *ρ*(KI) = 100 g/l, exempte d’iodate et d’iode libre.
* **Solution d’amidon**. Mélanger 5 g d’amidon soluble avec 30 ml d’eau et ajouter ce mélange à 1 000 ml d’eau bouillante. Faire bouillir pendant 3 min, puis laisser refroidir. Préparer une nouvelle solution d’amidon chaque jour.
* **Thiosulfate de sodium**, solution titrée, de concentration en substance *c*(Na2S2O3, 5H2O) = 0,1 mol/l, titrée dans les 7 jours au plus précédant l’emploi.

**- Solvant**, préparé en mélangeant un volume de cyclohexane (50 ml) et un volume d’acide acétique glacial (50 ml), selon des fractions volumiques *φ =* 50 ml/100 ml.

**- Réactif de Wijs**, contenant du monochlorure d’iode dans de l’acide acétique. Le rapport I/Cl du réactif de Wijs doit se situer dans les limites de 1,10 ± 0,1. Le réactif de Wijs est sensible à la température, à l’humidité et à la lumière. Conserver à l’abri de la lumière et à une température inférieure à 30 °C.

Utiliser un réactif de Wijs disponible dans le commerce. Respecter la durée de conservation limite du réactif.

**c) Moyens humains :**

- Ingénieur de Laboratoire

- Technicien de Laboratoire

1. **METHODE :**

**1 -** Placer la nacelle en verre contenant la prise d’essai dans une fiole conique de 500 ml et ajouter le volume de solvant indiqué dans le Tableau 1. À l’aide d’une pipette, ajouter 25,00 ml de réactif de Wijs. Boucher la fiole, la remuer en tournant pour homogénéiser son contenu et la placer dans l’obscurité.

Faire fondre et dissoudre les corps gras ayant un **II** de 20 ou moins (corps gras durs ou hydrogénés) dans un solvant chaud (60 °C). Il est également recommandé de chauffer toutes les fioles et tous les réactifs avant emploi. Utiliser des récipients fermés pour éviter toute évaporation et toute variation de concentration lors du chauffage des réactifs.

NOTE : La nacelle reste dans la fiole.

**ATTENTION — Ne pas pipetter le réactif de Wijs à la bouche.**

**Tableau 1 — Masse de la prise d’essai initiale (théorique) pour l’indice d’iode présumé**

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| **Indice d’iode présumé** | **Masse initiale pour un excès de 150 %** | **Masse initiale pour un excès de 100 %** | **Précision de la masse initiale** | **Mélange de solvants** |
| g | g | g | ml |
| < 3 | 10 | 10 | 0,001 | 25 |
| 3 | 8,461 | 10, 576 | 0,001 | 25 |
| 5 | 5,077 | 6,346 | 0,001 | 25 |
| 10 | 2, 538 | 3,173 | 0,001 | 20 |
| 20 | 0,846 | 1,586 | 0,001 | 20 |
| 40 | 0,634 | 0,793 | 0,001 | 20 |
| 60 | 0,432 | 0, 529 | 0,001 | 20 |
| 80 | 0, 317 | 0,397 | 0,001 | 20 |
| 100 | 0,254 | 0, 317 | 0,000 5 | 20 |
| 120 | 0,212 | 0,264 | 0,000 5 | 20 |
| 140 | 0,181 | 0,227 | 0,000 5 | 20 |
| 160 | 0,159 | 0, 198 | 0,000 5 | 20 |
| 180 | 0,141 | 0,176 | 0,000 5 | 20 |
| 200 | 0,127 | 0,159 | 0,000 5 | 20 |

**2 -** Préparer un blanc avec le solvant et le réactif comme en (1), mais en omettant la prise d’essai.

**3 -** Pour les échantillons ayant un **II** inférieur à 150, laisser les fioles dans l’obscurité pendant 1 h.

Pour les échantillons ayant un **II** supérieur à 150, et pour les produits polymérisés et les huiles contenant des acides gras à doubles liaisons conjuguées (telles que l’huile de tung, l’huile de ricin déshydratée) et toutes les huiles contenant des acides gras cétoniques (telles que certaines huiles de ricin hydrogénées) et les produits fortement oxydés, laisser les fioles dans l’obscurité pendant 2 h.

**4 -** Après le temps de réaction, ajouter 20 ml de la solution d’iodure de potassium et 150 ml d’eau. Titrer avec la solution étalon de thiosulfate de sodium jusqu’à ce que la couleur jaune due à l’iode ait presque disparu. Ajouter quelques gouttes de la solution d’empois d’amidon et poursuivre le titrage jusqu’au moment où la couleur bleue disparaît après avoir agité vigoureusement.

Noter le volume, *V2*, de solution de thiosulfate de sodium nécessaire pour atteindre le point de virage. Noter qu’il est admis de déterminer le point de virage par potentiométrie.

**5 -** Effectuer simultanément la détermination en utilisant la solution à blanc (2). Lors de la détermination du blanc, en (4), noter le volume *V1*de solution de thiosulfate de sodium nécessaire pour atteindre le point de virage.

**Calcul**

Calculer l’indice d’iode (communément appelé II dans le secteur industriel), en grammes pour 100 g de corps gras, à l’aide de la formule suivante.

***W1=12.69 × c (V1- V2)/m***

**Où**

***c****:* est la concentration, en moles par litre, de la solution de thiosulfate de sodium ;

***V1 :*** est le volume, en millilitres, de la solution de thiosulfate de sodium utilisée pour l’essai à blanc;

***V2 :*** est le volume, en millilitres, de la solution de thiosulfate de sodium utilisée pour la détermination;

***m****: est* la masse, en grammes, de la prise d’essai.

Arrondir les résultats comme indiqué dans le Tableau 2.

**Tableau 2 — Arrondissage des résultats**

|  |  |
| --- | --- |
| **II**  g/100 g | **Arrondi à** |
| ≤ 60  > 60 | 0,1  1 |