|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
|  | Nom & Prénom | Fonction | Date | Signature |
| Rédaction | BRAHMI Nawel | Chargée de laboratoire et analyse | 01/09/2017 |  |
| Vérification | BOUZAR Ahmed Chiheb | Responsable Laboratoire Contrôle Qualité |  |  |
| Approbation | BADRI Omar | Directeur |  |  |

**Suivi des modifications :**

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| **Version** | **Date** | **Objet** | **Pages** |
| V0 | 01/09/17 | Création du document | Toutes |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |

1. **DEFINITION :**

Quantité de substances de l’échantillon, exprimée en termes d’oxygène actif, qui oxydent l’iodure de potassium dans les conditions spécifiées dans le présent document.

L’indice de peroxyde est généralement exprimé en milliéquivalents (méq) d’oxygène actif par kilogramme d’huile, mais il peut également être exprimé (en unités SI) en millimoles (mmol) d’oxygène actif par kilogramme d’huile. La valeur exprimée en millimoles d’oxygène actif par kilogramme représente la moitié de la valeur exprimée en milliéquivalent d’oxygène actif par kilogramme. L’indice de peroxyde (méq d’oxygène actif par kilogramme) multiplié par la masse équivalente d’oxygène (égale à 8) est égal à la quantité d’oxygène actif exprimée en milligrammes par kilogramme d’huile.

1. **PRINCIPE :**

Dissoudre l’échantillon d’essai dans de l’iso-octane et de l’acide acétique glacial, puis ajouter l’iodiure de potassium. Déterminer visuellement l’iode libéré par les peroxydes, à l’aide d’un indicateur à l’amidon et d’une solution étalon de thiosulfate de sodium. Déterminer visuellement la fin du titrage.

1. **OBJET DE MODE OPERATOIRE :**

Le présent mode opératoire a pour objet de définir une technique pratique de détermination de l’indice de peroxyde 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).

-JORA N° 64/2011

1. **DEFINITIONS ET ABREVIATIONS:**

IP : Indice de peroxyde.

ml**:** millilitre.

1. **RESPONSABILITÉS :**

- Le chargé laboratoire et analyses 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 :**

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

**- Erlenmeyer**, d’une capacité de 250 ml, à col rodé et muni d’un bouchon en verre rodé.

**- Burette**, d’une capacité de 10 ml ou 25 ml, graduée au moins tous les 0,05 ml, dotée de préférence d’un système de mise à zéro automatique.

**- Unité de dosage manuel ou automatique**, d’une capacité de 20 ml, avec une résolution d’au moins 10 µl et une précision de ± 0,15 % (par exemple, une burette à piston).

**- Pipettes**, d’une capacité de 0,5 ml, 1 ml, 10 ml et 100 ml (ou pipettes automatiques).

**- Éprouvettes graduées**, d’une capacité de 50 ml et 100 ml.

**- Balance analytique**, lisible à 0,000 1 g près.

**- Agitateur magnétique**, doté d’un barreau aimanté (de 2,5 cm) et d’une plaque chauffante.

**- Fiole jaugée**, d’une capacité de 1 000 ml.

**- Fiole jaugée**, d’une capacité de 250 ml.

**- Fiole jaugée**, d’une capacité de 500 ml.

**- Four à micro-ondes,** Il est possible d’utiliser un four à micro-ondes pour faire fondre rapidement et facilement les échantillons solides. L’utilisation d’un four à micro-ondes n’entraînera pas d’augmentation de l’indice de peroxyde, s’il est utilisé avec précaution et de manière appropriée. Les conditions adaptées doivent être vérifiées par des essais préalables.

1. **Réactifs :**

**- Eau**, déminéralisée, bouillie et refroidie à 20 °C.

**- Acide acétique glacial**, fraction massique de 100 %; dégazé dans une cuve à ultrasons sous vide ou purgé sous courant de gaz inerte pur et sec (dioxyde de carbone ou azote).

**- Iso-octane**, dégazé dans une cuve à ultrasons sous vide ou purgé sous courant de gaz inerte pur et sec (dioxyde de carbone ou azote).

**- Mélange d’acide acétique glacial/iso-octane**, préparé en mélangeant 60 ml d’acide acétique glacial et 40 ml d’iso-octane (fraction volumique d’acide acétique glacial: *φ* = 60 ml/100 ml, fraction volumique d’iso-octane: *φ* = 40 ml/100 ml). Le mélange est dégazé dans une cuve à ultrasons sous vide ou purgé sous courant de gaz inerte pur et sec (dioxyde de carbone ou azote).

**- Iodure de potassium**, exempt d’iode et d’iodates.

**- Solution d’iodure de potassium saturée**, concentration massique *ρ*(KI) = 175 g/100 ml.

Dissoudre environ 14 g d’iodure de potassium dans environ 8 g d’eau récemment portée à ébullition et revenue à température ambiante. Veiller à maintenir la solution à l’état saturé (cristaux non dissous). La conserver à l’abri de la lumière et en préparer une nouvelle chaque jour. Contrôler la solution par l’essai suivant: ajouter deux gouttes de solution d’amidon à 0, 5 ml d’iodure de potassium dans 30 ml de solution d’acide acétique glacial/iso-octane. Si une couleur bleue apparaît et si plus d’une goutte de solution étalon de thiosulfate de sodium (0,1 N) est nécessaire pour la faire disparaître, éliminer la solution d’iodure de potassium.

**- Solution étalon de thiosulfate de sodium 0,1 N**, *c*(Na2S2O3) = 0,1 mol/l.

Pour la préparation de cette solution, utiliser uniquement de l’eau récemment portée à ébullition, si possible purgée avec de l’azote. Cette solution peut être utilisée pendant un mois et conservée dans un f lacon en verre ambré.

**- Solution étalon de thiosulfate de sodium 0,01 N**, *c*(Na2S2O3) = 0,01 mol/l.

Il est nécessaire de préparer fraîchement cette solution à partir de la solution étalon à 0,1 mol/l de Thiosulfate de sodium préparée précédemment, ou bien d’en déterminer le titre tous les jours. L’expérience montre que la stabilité est limitée et dépend de la valeur du pH et de la teneur en dioxyde de carbone libre. Utiliser uniquement de l’eau récemment portée à ébullition, si possible purgée avec de l’azote.

**- Solution d’amidon**, concentration massique *ρ* = 1 g/100 ml. Mélanger 0,5 g d’amidon dans une petite quantité d’eau froide. Ajouter ensuite ce mélange à 50 ml d’eau bouillante tout en remuant, laisser bouillir quelques secondes, puis laisser immédiatement refroidir.

Une nouvelle solution doit être préparée chaque jour.

Il est recommandé d’utiliser de l’amidon de pomme de terre pour l’iodométrie, étant donné que cet amidon permet d’obtenir un bleu plus foncé. Des réactifs équivalents peuvent être utilisés.

**- Étalon d’iodate de potassium (KIO)**, matériel de référence secondaire, répertorié par le NIST (National Institute of Standards and Technology), situé à Gaithersburg, Maryland, États-Unis.

**- Acide chlorhydrique**, *c*(HCl) = 4 mol/l.

**c) Moyens humains :**

- Ingénieur de Laboratoire

- Technicien de Laboratoire

1. **METHODE :**

Suivre toutes les étapes à la lumière du jour diffuse ou à la lumière artificielle. Éviter toute exposition directe aux rayons du soleil. Veiller à ce que tous les récipients soient exempts de composés oxydants ou réducteurs.

Conserver les solutions étalons de thiosulfate de sodium dans des f lacons en verre ambré.

**9.1 Préparation et détermination du titre de la solution étalon de thiosulfate de sodium 0,01 N**

**9.1.1 Préparation de la solution étalon de thiosulfate de sodium 0,01 N**

À l’aide d’une pipette transvaser 100 ml de la solution étalon de thiosulfate de sodium 0,1 N

dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au trait de jauge avec de l’eau récemment portée à ébullition. Après homogénéisation, transvaser la solution étalon de thiosulfate de sodium 0,01 N obtenue dans un f lacon en verre ambré.

Chaque jour, préparer fraîchement la solution étalon de thiosulfate de sodium 0,01 N à partir de la solution étalon de thiosulfate de sodium 0,1 N préparée précédemment, ou bien déterminer le titre. L’expérience montre que la stabilité est limitée et dépend de la valeur du pH et de la teneur en dioxyde de carbone libre. Utiliser uniquement de l’eau récemment portée à ébullition, si possible purgée avec de l’azote.

**9.1.2 Détermination du titre de la solution étalon de thiosulfate de sodium 0,01 N (détermination du facteur)**

Peser, à 0,001 g près, 0,27 g à 0, 33 g d’iodate de potassium (KIO3) dans une fiole jaugée (250 ml ou 500 ml), puis remplir au trait de jauge avec de l’eau récemment portée à ébullition, puis refroidie à température ambiante.

À l’aide d’une pipette, transférer 5 ml ou 10 ml de cette solution d’iodate de potassium dans un erlenmeyer de 250 ml. Ajouter 60 ml d’eau récemment portée à ébullition, 5 ml d’acide chlorhydrique 4 mol/l et 25 mg à 50 mg d’iodure de potassium ou 0,5 ml de la solution saturée d’iodure de potassium.

Titrer cette solution en utilisant la méthode iodométrique (visuelle) afin de déterminer le facteur de la solution étalon de thiosulfate de sodium 0,01 N.

Calculer le facteur, *F*, de la solution de thiosulfate de sodium 0,01 N à l’aide de la Formule (1):

***F****=* (***m*kio3 × *V*1 × 6 × 1000× *w*kio3)/** (***M*kio3 × *V*2 × *V*3 × cthio× 100)**

Où

**6 :** est la masse équivalente pour le titre (1 mol KIO3 3 mol I2);

***V*1:**est le volume de la solution d’iodate de potassium utilisé pour la détermination du titre (5 ml ou 10 ml);

***V*2:** est le volume total de la solution d’iodate de potassium, en millilitres (250 ml ou 500 ml);

***V*3:** est le volume de la solution de thiosulfate de sodium 0,01 N utilisé pour la détermination, en millilitres;

***m*: kio3**est la masse d’iodate de potassium, en grammes;

***w*kio3:** est la pureté de l’iodate de potassium, en g/100 g;

***M*kio3:** est la masse molaire de l’iodate de potassium (214 g/mol);

**cthio:** est la concentration de la solution étalon de thiosulfate de sodium, en moles par litre (0,01 mol/l).

**9.2 Détermination de l’indice de peroxyde**

**9.2.1** Purger l’erlenmeyer (6.1) préalablement nettoyée avec soin sous courant d’azote ou de dioxyde de carbone. Y peser à 0,1 mg près:

a) une prise d’essai de 5,0 g ± 0,1 g pour des indices de peroxyde attendus entre > 1 et 30;

b) une prise d’essai de 10,0 g ± 0,1 g pour des indices de peroxyde attendus entre 0 et 1.

Avant utilisation, rincer l’erlenmeyer avec la solution d’acide acétique glacial/iso-octane pour qu’il ne contienne plus aucune substance oxydante ou réductrice.

**9.2.2** Dissoudre la prise d’essai dans 50 ml de la solution d’acide acétique glacial/iso-octane en remuant doucement.

Pour les matières grasses de points de fusion élevés (graisses solides et animales), ajouter avec soin 20 ml d’iso-octane à la graisse fondue en remuant doucement, puis ajouter immédiatement 30 ml d’acide acétique glacial. Chauffer également l’échantillon après dilution si nécessaire.

**9.2.3** Ajouter 0,5 ml de la solution saturée d’iodure de potassium, boucher l’erlenmeyer puis mélanger à l’aide d’un agitateur magnétique en évitant qu’un tourbillon trop important ne se forme, ou bien manuellement sans entrée d’air, pendant exactement 60 s (utiliser un chronomètre précis à ± 1 s).

**9.2.4** Ouvrir l’erlenmeyer, ajouter immédiatement 100 ml d’eau déminéralisée, rincer le bouchon en verre rodé et agiter.

**9.2.5** Titrer immédiatement l’iode libéré avec la solution étalon de thiosulfate de sodium 0,01 N pour passer de la couleur jaune orangée à jaune pâle, ajouter alors 0,5 ml de la solution d’amidon, poursuivre le titrage pour passer du violet à l’incolore. Arrêter le titrage dès que la solution est incolore pendant 30 s.

NOTE 1 La phase titrée est la phase inférieure. Avec la solution étalon de thiosulfate de sodium 0,01 N, il est nécessaire d’attendre 15 s à 30 s avant de voir la couleur changer.

NOTE 2 Pour les indices de peroxyde inférieurs à 1, la solution d’amidon peut être ajoutée au début du titrage.

**9.2.6** Dans un essai à blanc parallèle, un volume de solution de thiosulfate 0,01 N inférieur ou égal à 0,1 ml doit être utilisé. Si l’essai à blanc nécessite un volume supérieur, remplacer la solution saturée d’iodure de potassium car elle pourrait ne pas convenir.

**10) CALCUL ET EXPRESSION DES RESULTATS :**

Calculer l’indice de peroxyde (connu dans l’industrie comme «IP»), en milliéquivalent (méq) d’oxygène actif par kilogramme à l’aide de la Formule 2 :

**((*V - V*0) × cthio× *F* × 1000)/*m***

Où

***V*** est le volume de la solution de thiosulfate de sodium utilisé pour la détermination, en millilitres;

***V*0** est le volume de la solution étalon de thiosulfate de sodium utilisé pour l’essai à blanc, en millilitres;

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

***F*** est la masse de la prise d’essai, en grammes;

***m*** est le facteur de la solution de thiosulfate de sodium 0,01 N.

Le résultat de la détermination doit être indiqué à une décimale près.