
**Corps gras d'origines animale et
végétale — Détermination de la teneur en
impuretés insolubles**

*Animal and vegetable fats and oils — Determination of insoluble impurities
content*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 663:2000

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/daaf58bf-6ab1-401d-bf65-
dc691d8d57bd/iso-663-2000](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/daaf58bf-6ab1-401d-bf65-dc691d8d57bd/iso-663-2000)



PDF – Exonération de responsabilité

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 663:2000

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/daaf58bf-6ab1-401d-bf65-dc691d8d57bd/iso-663-2000>

© ISO 2000

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax. + 41 22 734 10 79
E-mail copyright@iso.ch
Web www.iso.ch

Imprimé en Suisse

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 Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 3.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments de la présente Norme internationale peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

La Norme internationale ISO 663 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits agricoles alimentaires*, sous-comité SC 11, *Corps gras d'origines animale et végétale*.

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 663:1992), qui a été complétée par l'adjonction de données de fidélité.

L'annexe A de la présente Norme internationale est donnée uniquement à titre d'information.

ISO 663:2000
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/daaf58bf-6ab1-401d-bf65-dc691d8d57bd/iso-663-2000>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 663:2000

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/daaf58bf-6ab1-401d-bf65-dc691d8d57bd/iso-663-2000>

Corps gras d'origines animale et végétale — Détermination de la teneur en impuretés insolubles

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination de la teneur en impuretés insolubles des corps gras d'origines animale et végétale.

2 Référence normative

Le document normatif suivant contient des dispositions qui, par suite de la référence qui y est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Pour les références datées, les amendements ultérieurs ou les révisions de ces publications ne s'appliquent pas. Toutefois, les parties prenantes aux accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer l'édition la plus récente du document normatif indiqué ci-après. Pour les références non datées, la dernière édition du document normatif en référence s'applique. Les membres de l'ISO et de la CEI possèdent le registre des Normes internationales en vigueur.

(standards.iteh.ai)

ISO 661:1989, *Corps gras d'origines animale et végétale — Préparation de l'échantillon pour essai.*

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/daaf58bf-6ab1-401d-bf65-dc691d8d57bd/iso-663-2000>

3 Terme et définition

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/daaf58bf-6ab1-401d-bf65-dc691d8d57bd/iso-663-2000>

Pour les besoins de la présente Norme internationale, le terme et la définition suivants s'appliquent.

3.1

teneur en impuretés insolubles

quantité de poussières et autres matières étrangères insolubles dans le *n*-hexane ou l'éther de pétrole, dans les conditions spécifiées dans la présente Norme internationale

NOTE 1 La teneur est exprimée en pourcentage en masse.

NOTE 2 Ces impuretés comprennent des impuretés mécaniques, des matières minérales, des hydrates de carbone, des matières azotées, diverses résines, des savons de calcium, des acides gras oxydés, des lactones d'acide gras, et (en partie) des savons alcalins, des hydroxy-acides gras et leurs glycérides.

4 Principe

Traitement d'une prise d'essai par un excès de *n*-hexane ou d'éther de pétrole, puis filtration de la solution obtenue. Lavage du filtre et du résidu avec le même solvant. Séchage à 103 °C, puis pesée.

5 Réactifs

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue.

5.1 **n-Hexane**, ou à défaut, **éther de pétrole** ayant un intervalle de distillation compris entre 30 °C et 60 °C et ayant un indice de brome inférieur à 1.

Le résidu à l'évaporation complète ne doit pas être, pour les deux solvants, supérieur à 0,002 g pour 100 ml.

5.2 **Kieselguhr**, purifié, calciné, de perte de masse de 0,2 %, après chauffage à 900 °C (chauffé au rouge).

6 Appareillage

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

6.1 **Balance analytique**, précise à $\pm 0,001$ g près.

6.2 **Étuve à chauffage électrique**, réglable à $103 \text{ °C} \pm 2 \text{ °C}$.

6.3 **Fiole conique**, de 250 ml de capacité avec bouchon en verre rodé.

6.4 **Dessiccateur**, garni d'un agent déshydratant efficace.

6.5 **Papier-filtre sans cendre** (teneur maximale en cendres de 0,01 %, en masse); indice de rétention de 98 %, en masse, pour particules de dimensions supérieures à $2,5 \mu\text{m}^1$, ou **filtre en fibre de verre** équivalent, de 120 mm de diamètre, ainsi qu'un **vase** en métal (aluminium de préférence) ou en verre muni d'un couvercle bien adapté. (Variante à 6.6, pour tous les produits, sauf les huiles acides.)

6.6 **Creuset filtrant**, en verre, de qualité P16 (ouverture de pores de $10 \mu\text{m}$ à $16 \mu\text{m}$), d'un diamètre de 40 mm, et de 50 ml de capacité, et **fiole à filtrer**. (Variante à 6.5 incluant les corps gras acides.)

7 Échantillonnage

ISO 663:2000
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/daaf58bf-6ab1-401d-bf65-dc691d8d57bd/iso-663-2000>

Il est important que le laboratoire reçoive un échantillon réellement représentatif, non endommagé ou modifié lors du transport et de l'entreposage.

L'échantillonnage ne fait pas partie de la méthode spécifiée dans la présente Norme internationale. Une méthode d'échantillonnage recommandée est donnée dans 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, environ 20 g de l'échantillon pour essai (article 8) dans la fiole conique (6.3).

1) Le papier-filtre Whatman n° 42 ($2,5 \mu\text{m}$) et le filtre en fibre de verre Whatman GF/D sont des exemples de produits appropriés disponibles sur le marché. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente Norme internationale et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif des produits ainsi désignés.

9.2 Détermination

9.2.1 Sécher soit le papier-filtre, le vase et son couvercle (6.5), soit le creuset filtrant (6.6), dans l'étuve (6.2) réglée à 103 °C. Laisser refroidir dans le dessiccateur (6.4) et peser à 0,001 g près.

9.2.2 Ajouter 200 ml de *n*-hexane ou d'éther de pétrole (5.1) dans la fiole contenant la prise d'essai (9.1), boucher la fiole et agiter.

Pour l'huile de ricin, la quantité de solvant peut être augmentée afin de faciliter l'opération et il peut donc être nécessaire d'utiliser une fiole de plus grande capacité.

Laisser reposer à une température voisine de 20 °C durant environ 30 min.

9.2.3 Filtrer sur le papier-filtre placé dans un entonnoir approprié, ou sur le creuset filtrant en utilisant, si nécessaire, une légère aspiration.

Laver le papier-filtre ou le creuset filtrant en versant de petites portions du même solvant qu'en 9.2.2, mais avec la quantité strictement nécessaire pour que le dernier filtrat soit exempt de matières grasses. Chauffer le solvant, si nécessaire, jusqu'à une température maximale de 60 °C afin de dissoudre toutes les matières grasses solidifiées sur le filtre.

9.2.4 Si on s'est servi d'un papier-filtre, le retirer de l'entonnoir, le disposer dans le vase, laisser s'évaporer à l'air la majeure partie du solvant restant sur le filtre et terminer l'évaporation dans l'étuve réglée à 103 °C. Retirer de l'étuve, fermer le vase avec son couvercle, laisser refroidir dans le dessiccateur (6.4) et peser à 0,001 g près.

9.2.5 Si on s'est servi d'un creuset filtrant, laisser s'évaporer à l'air la majeure partie du solvant restant sur le creuset et terminer l'opération dans l'étuve réglée à 103 °C. Retirer de l'étuve, laisser refroidir dans le dessiccateur (6.4) et peser à 0,001 g près.

9.2.6 Si on désire déterminer la teneur en impuretés organiques, il est nécessaire d'utiliser un papier-filtre sans cendres, préalablement séché et pesé. Dans ce cas, le papier-filtre contenant les impuretés insolubles devra être incinéré et la masse de cendres obtenues devra être soustraite de la masse des impuretés insolubles.

La teneur en impuretés organiques, exprimée en pourcentage en masse, devra alors être calculée en multipliant cette différence de masse par $100/m_0$, où m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai.

9.2.7 Si on analyse des huiles acides, garnir le creuset filtrant avec du kieselguhr (5.2) comme suit. Dans un bécher en verre de 100 ml, préparer un mélange avec 2 g de kieselguhr et environ 30 ml d'éther de pétrole (5.1). Verser le mélange dans le creuset filtrant, sous pression réduite, afin d'obtenir une couche de kieselguhr sur le filtre en verre.

Sécher le creuset filtrant en verre ainsi préparé dans l'étuve (6.2) réglée à 103 °C, pendant 1 h. Laisser refroidir dans le dessiccateur (6.4) et peser à 0,001 g près.

Effectuer deux déterminations sur des prises d'essai provenant du même échantillon pour essai (article 8).

10 Expression des résultats

La teneur en impuretés insolubles, exprimée en pourcentage en masse, est égale à

$$w = \frac{m_2 - m_1}{m_0} \times 100 \%$$

où

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai (9.1);

- m_1 est la masse, en grammes, du vase et de son couvercle et du papier-filtre, ou du creuset filtrant (voir 9.2.1);
- m_2 est la masse, en grammes du vase et de son couvercle et du papier-filtre contenant le résidu sec (voir 9.2.4), ou du creuset filtrant et du résidu sec (9.2.5).

Donner le résultat avec deux décimales.

11 Fidélité

11.1 Essais interlaboratoires

Les détails d'essais interlaboratoires relatifs à la fidélité de la méthode sont résumés dans l'annexe A. Les valeurs dérivées de ces essais peuvent ne pas s'appliquer aux plages de concentrations ou matrices autres que celles données.

11.2 Répétabilité

La différence absolue entre deux résultats d'essai individuels indépendants, obtenus à l'aide de la même méthode sur un matériau identique soumis à l'essai dans le même laboratoire par le même opérateur utilisant le même appareillage dans un court intervalle de temps, n'excédera que dans 5 % des cas au plus une valeur de 0,01 g d'impuretés par 100 g d'échantillon ne contenant pas plus de 0,10 % (en masse) d'impuretés insolubles.

11.3 Reproductibilité

La différence absolue entre deux résultats d'essai individuels, obtenus à l'aide de la même méthode sur un matériau identique soumis à l'essai dans des laboratoires différents par des opérateurs différents utilisant des appareillages différents, n'excédera que dans 5 % des cas au plus une valeur de 0,06 g d'impuretés par 100 g d'échantillon ne contenant pas plus de 0,10 % (en masse) d'impuretés insolubles.

12 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit indiquer:

- tous les renseignements nécessaires à l'identification complète de l'échantillon;
- la méthode d'échantillonnage utilisée, si elle est connue;
- la méthode d'essai utilisée, avec référence à la présente Norme internationale;
- le solvant utilisé;
- tous les détails opératoires non prévus dans la présente Norme internationale, ou considérés comme facultatifs, ainsi que les détails sur tout incident susceptible d'avoir influé sur le(s) résultat(s) d'essai;
- le(s) résultat(s) d'essai obtenu(s) ou, si la répétabilité a été vérifiée, le résultat final qui a été obtenu.

Annexe A (informative)

Résultats des essais interlaboratoires

Des essais interlaboratoires sur la détermination des impuretés insolubles dans l'huile de palme, l'huile de palme brute et l'huile de palmiste ont été organisés par la Federation of Oils, Seeds and Fats Associations (FOSFA) et conduits conformément à l'ISO 5725²⁾.

Les résultats sont présentés dans les Tableaux A.1 à A.3.

Tableau A.1 — Essai interlaboratoires sur l'huile de palme

Année de l'essai interlaboratoires	1988
Nombre de laboratoires participants	12
Nombre de nationalités représentées	10
Nombre de résultats acceptés	11
Valeur moyenne, % (en masse)	0,024
Limite de répétabilité, r , % (en masse)	0,007
Limite de reproductibilité, R , % (en masse)	0,038

[ISO 663:2000](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/daaf58bf-6ab1-401d-bf65-701111111111/iso-663-2000)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/daaf58bf-6ab1-401d-bf65-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/daaf58bf-6ab1-401d-bf65-701111111111/iso-663-2000)

Tableau A.2 — Essai interlaboratoires sur l'huile de palme brute

Année de l'essai interlaboratoires	1988
Nombre de laboratoires participants	27
Nombre de nationalités représentées	11
Nombre de résultats acceptés	25
Valeur moyenne, % (en masse)	0,015
Limite de répétabilité, r , % (en masse)	0,008
Limite de reproductibilité, R , % (en masse)	0,026

2) l'ISO 5725:1986 (à présent annulée) a été utilisée pour obtenir les valeurs de fidélité.