

---

---

**Corps gras d'origine végétale —  
Détermination des matières insolubles  
dans le toluène**

*Vegetable fats and oils — Determination of toluene insoluble matter*

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

[ISO 28198:2009](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/86721f64-3da1-484f-88b8-2f32f87719bf/iso-28198-2009)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/86721f64-3da1-484f-88b8-2f32f87719bf/iso-28198-2009>



**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 28198:2009

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/86721f64-3da1-484f-88b8-2f32f87719bf/iso-28198-2009>



**DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT**

© ISO 2009

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 22 749 09 47  
E-mail [copyright@iso.org](mailto:copyright@iso.org)  
Web [www.iso.org](http://www.iso.org)

Publié 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 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. 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 du présent document 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.

L'ISO 28198 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits alimentaires*, sous-comité SC 11, *Corps gras d'origines animale et végétale*.

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
(standards.iteh.ai)  
ISO 28198:2009  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/86721f64-3da1-484f-88b8-2f32f87719bf/iso-28198-2009>

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

ISO 28198:2009

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/86721f64-3da1-484f-88b8-2f32f87719bf/iso-28198-2009>

# Corps gras d'origine végétale — Détermination des matières insolubles dans le toluène

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination de la teneur en matières insolubles dans le toluène (MIT) présentes dans la composition de la lécithine. Cette méthode a pour but d'indiquer la présence d'impuretés comme les protéines, les résidus d'extraction contenant des glucides et d'autres contaminants solides. Cette méthode est applicable à tous les types de lécithine végétale.

L'objectif de la méthode est de permettre l'analyse de la lécithine dans le cadre de plusieurs réglementations. La lécithine [Système international de numérotation du Codex pour les additifs alimentaires (NIS) N° 322] est un additif généralement autorisé et la détermination des MIT fait l'objet de nombreuses spécifications. L'exigence de pureté relative à la teneur en MIT est fondée sur la méthode spécifiée.

Le toluène remplace le benzène carcinogène, qui était utilisé dans les anciennes méthodes.

## 2 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

### 2.1

**matières insolubles dans le toluène**

**MIT**

<sup>w</sup>MIT

quantité des substances insolubles dans le toluène dans les conditions spécifiées dans la présente Norme internationale

NOTE La teneur en matières insolubles dans le toluène est exprimée en fraction massique en grammes pour 100 g.

## 3 Principe

L'échantillon est dissous dans du toluène puis filtré à travers un creuset filtrant en verre d'une taille de pores définie (P 40). Le résidu insoluble est séché à  $(103 \pm 2)$  °C puis pesé.

Les creusets filtrants en verre d'une taille de pores différente produisent des résultats différents et ne doivent donc pas être utilisés.

## 4 Réactifs

**AVERTISSEMENT — L'attention est attirée sur les règles qui régissent la manipulation des substances dangereuses. Les mesures de sécurité sur les plans technique, organisationnel et personnel doivent être suivies.**

Au cours de l'analyse, sauf indication contraire, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau distillée ou déminéralisée ou de l'eau de pureté équivalente.

### 4.1 Toluène.

## 5 Appareillage

**5.1 Creuset filtrant P 40<sup>1)</sup> en verre**, d'une capacité de 30 ml, d'une taille de pores comprise entre 16 µm et 40 µm.

NOTE Pour la détermination de la teneur en MIT, le JECFA (Comité mixte FAO/OMS d'experts des additifs alimentaires) recommande l'utilisation d'un entonnoir à filtration G3 d'une porosité de 16 µm à 40 µm (voir Référence [5]). Conformément à l'ISO 4793<sup>[1]</sup>, la porosité G3 (G2) est libellée P 40 (P 100).

**IMPORTANT — Pour nettoyer les creusets filtrants en verre, remplir le bain à ultrasons de solution alcaline nettoiyante sans phosphate<sup>2)</sup> à 10 % en fraction volumique pour la verrerie de laboratoire. Plonger les creusets filtrants en verre dans le bain à ultrasons pendant 30 min. Laver les creusets filtrants en verre à l'eau et répéter l'étape de nettoyage si nécessaire. Nettoyer les creusets filtrants en verre dans la machine à laver du laboratoire. Ne pas utiliser un creuset filtrant en verre pour plus de 10 analyses car les pores se bouchent ensuite et ne peuvent plus être suffisamment nettoyés après un usage répété.**

**5.2 Étuve de séchage**, pouvant être maintenue à  $(103 \pm 2)$  °C.

**5.3 Dessiccateur**, avec gel de silice.

**5.4 Bécher en verre**, d'une capacité de 150 ml, de forme haute.

**5.5 Flacon filtrant**.

**5.6 Pompe à vide** (pour la filtration).

**5.7 Balance analytique**.

**5.8 Éprouvette graduée**, d'une capacité de 50 ml.

**5.9 Baguettes en verre** de différentes tailles.

iTech STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)  
ISO 28198:2009  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/86721f64-3da1-484f-88b8-2f32f87719bf/iso-28198-2009>

## 6 Échantillonnage

### 6.1 Généralités

Il convient qu'un échantillon représentatif ait été envoyé au laboratoire. Il convient qu'il n'ait été ni endommagé ni modifié au cours du transport ou du stockage.

L'échantillonnage ne fait pas partie de la méthode spécifiée dans la présente Norme internationale. Une méthode d'échantillonnage recommandée est indiquée dans l'ISO 5555<sup>[2]</sup>.

### 6.2 Préparation de l'échantillon pour essai

Chauffer l'échantillon pour essai à 60 °C maximum en évitant les surchauffes locales et l'homogénéiser en agitant vigoureusement. Mentionner tout traitement spécifique appliqué à l'échantillon pour essai (filtration, fusion, etc.) dans le rapport d'essai.

---

1) Le creuset filtrant Duran<sup>®</sup>, porosité 3, diamètre 36 mm, est un exemple de produit approprié disponible 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 du produit ainsi désigné.

2) Extran<sup>®</sup> MA03 sans phosphate est un exemple de produit approprié disponible 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 du produit ainsi désigné.

## 7 Mode opératoire

7.1 Sécher le creuset filtrant en verre pendant 1 h à 103 °C dans l'étuve (5.2), le laisser refroidir à température ambiante dans le dessiccateur (5.3) puis le peser (5.7) à 0,1 mg près.

7.2 À partir de l'échantillon pour essai (6.2), peser (5.7) précisément une prise d'essai d'environ 10,00 g à 0,01 g près dans le bécher (5.4).

Si la teneur en MIT est très supérieure à 0,3 % en fraction massique, réduire la masse de la prise d'essai et enregistrer les détails dans le rapport d'essai.

7.3 Dissoudre la prise d'essai dans 100 ml de toluène en remuant à l'aide d'une baguette en verre.

7.4 Filtrer la solution à travers le creuset filtrant en verre (5.1). Rincer le bécher deux fois en utilisant 25 ml de toluène à chaque rinçage et filtrer le solvant de rinçage à travers le creuset filtrant en verre.

7.5 Sécher le creuset filtrant en verre pendant 2 h à 103 °C dans l'étuve (5.2), le laisser refroidir à température ambiante dans le dessiccateur (5.3) et le peser (5.7) à 0,1 mg près.

**ATTENTION — Afin d'éviter toute exposition au toluène, laisser le toluène s'évaporer à température ambiante sous aspiration avant de transférer le creuset dans l'étuve ou utiliser une étuve sous hotte aspirante.**

7.6 Placer ensuite le creuset filtrant dans l'étuve (5.2) pendant 30 min, puis le laisser refroidir à température ambiante dans le dessiccateur (5.3) et le peser (5.7). La différence de masse par rapport à la masse mesurée en 7.5 ne doit pas excéder 0,5 mg. Dans le cas contraire, répéter l'opération de séchage jusqu'à obtention d'une masse constante. Dans le cas d'une augmentation de la masse, prendre la valeur mesurée la plus faible.

ISO 28198:2009

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/86721f64-3da1-484f-88b8-2f32f87719bf/iso-28198-2009>

## 8 Calcul

La teneur en matières insolubles dans le toluène,  $w_{MIT}$ , exprimée en grammes pour 100 g, est donnée par:

$$w_{MIT} = \frac{m_2 - m_1}{m_0} \times 100$$

où

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

$m_1$  est la masse, en grammes, du creuset (7.1);

$m_2$  est la masse, en grammes, du creuset avec le résidu (7.5).

Noter le résultat avec deux décimales.

## 9 Fidélité

### 9.1 Essai interlaboratoires

Les détails d'essais interlaboratoires relatifs à la fidélité de la méthode sont récapitulés à l'Annexe A. Les valeurs obtenues à partir de ces essais peuvent ne pas être applicables à des plages de concentration et à des matrices autres que celles indiquées.

## 9.2 Répétabilité

La différence absolue entre deux résultats d'essai individuels indépendants obtenus à l'aide de la même méthode, sur le même matériau d'essai, dans le même laboratoire et par le même opérateur utilisant le même appareillage dans un court intervalle de temps, ne doit pas dépasser les valeurs de  $r$  indiquées dans les Tableaux A.1 et A.2 dans plus de 5 % des cas.

## 9.3 Reproductibilité

La différence absolue entre deux résultats d'essai obtenus à l'aide de la même méthode, sur le même matériau d'essai, dans différents laboratoires, par des opérateurs différents utilisant un appareillage différent, ne doit pas dépasser les valeurs de  $R$  indiquées dans les Tableaux A.1 et A.2 dans plus de 5 % des cas.

## 10 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir au moins les informations suivantes:

- a) le ou les résultats d'essai obtenus(s);
- b) la méthode d'essai utilisée, avec référence à la présente Norme internationale;
- c) toutes les informations nécessaires à l'identification complète de l'échantillon;
- d) la méthode d'échantillonnage utilisée, si elle est connue;
- e) tous les détails opératoires non spécifiés dans la présente Norme internationale, ou considérés comme facultatifs, ainsi que les détails relatifs à tout incident ayant pu influencer sur le ou les résultat(s).

**ITeCh STANDARD PREVIEW**  
(standards.iteh.ai)  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/86721f64-3da1-484f-88b8-2f32f87719bf/iso-28198-2009>



## Annexe A (informative)

### Résultats des essais interlaboratoires

La fidélité de la méthode est le résultat de deux études interlaboratoires organisées par la Commission mixte pour l'analyse des corps gras, des produits apparentés et des matières premières (GA Fett) et la Société internationale des phospholipides et de la lécithine (ILPS). Les études ont été menées en 1997 et en 2007, respectivement sur trois et six échantillons. En 2007, l'essai a été effectué sur deux creusets filtrants d'une taille de pores différente (P 40 et P 100). Les résultats pour le creuset filtrant P 40, évalués conformément à l'ISO 5725-1<sup>[3]</sup> et l'ISO 5725-2<sup>[4]</sup>, sont donnés dans les Tableaux A.1 et A.2.

**Tableau A.1 — Résumé des résultats statistiques obtenus en 1997 (creuset filtrant en verre P 40)**

Échantillon de lécithine brute N°	1	2	3
Nombre de laboratoires participant, $N$	7	7	6
Nombre de laboratoires participant après élimination des résultats aberrants, $n$	7	7	6
Nombre de résultats d'essai individuels menés par tous les laboratoires sur chaque échantillon, $n_z$	14	14	12
Moyenne, $\bar{w}_{MIT}$ , g/100 g	0,290	0,140	0,430
Écart-type de répétabilité, $s_r$ , mg/100 g	0,020	0,020	0,020
Coefficient de variation de répétabilité, $CV(r)$ , %	8,4	16,5	4,4
Limite de répétabilité, $r$ , g/100 g	0,070	0,070	0,050
Écart-type de reproductibilité, $s_R$ , mg/100 g	0,150	0,090	0,100
Coefficient de variation de reproductibilité, $CV(R)$ , %	50,8	63,4	22,7
Limite de reproductibilité, $R$ , g/100 g	0,410	0,250	0,270

**Tableau A.2 — Résumé des résultats statistiques obtenus en 2007 (creuset filtrant en verre P 40)**

Échantillon de lécithine brute N°	1	2	3	4	5	6
Nombre de laboratoires participant, $N$	14	14	12	14	14	13
Nombre de laboratoires participant après élimination des résultats aberrants, $n$	13	11	11	13	11	10
Nombre de résultats d'essai individuels menés par tous les laboratoires sur chaque échantillon, $n_z$	26	22	22	26	22	20
Moyenne, $\bar{w}_{MIT}$ , g/100 g	0,051	0,027	0,371	0,060	0,062	0,025
Écart-type de répétabilité, $s_r$ , mg/100 g	0,007	0,004	0,057	0,0	0,012	0,007
Coefficient de variation de répétabilité, $CV(r)$ , %	13,4	13,8	15,5	20,8	19,5	27,4
Limite de répétabilité, $r$ , g/100 g	0,019	0,010	0,161	0,035	0,034	0,019
Écart-type de reproductibilité, $s_R$ , mg/100 g	0,034	0,025	0,163	0,044	0,026	0,021
Coefficient de variation de reproductibilité, $CV(R)$ , %	66,5	94,6	43,8	73,1	41,8	86,3
Limite de reproductibilité, $R$ , g/100 g	0,095	0,071	0,455	0,124	0,072	0,059