
Norme internationale



1208

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

Épices — Détermination des impuretés

Spices and condiments — Determination of filth

Première édition — 1982-12-15

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 1208:1982](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3ba85749-c5ab-44fd-a6a4-c6aced9deca8/iso-1208-1982>

CDU 633.82/.84 : 543.869

Réf. n° : ISO 1208-1982 (F)

Descripteurs : produit agricole, épice, analyse chimique, dosage, impureté.

Prix basé sur 5 pages

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 1208 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits agricoles alimentaires*, et a été soumise aux comités membres en septembre 1981.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée: [ISO 1208:1982](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3ba85749-c5ab-44fd-a6a4-c6aeed9deca8/iso-1208-1982)
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3ba85749-c5ab-44fd-a6a4-c6aeed9deca8/iso-1208-1982>

Afrique du Sud, Rép. d'	Israël	Portugal
Allemagne, R.F.	Italie	Roumanie
Australie	Kenya	Royaume-Uni
Égypte, Rép. arabe d'	Malaisie	Sri Lanka
Éthiopie	Nouvelle-Zélande	Tanzanie
France	Pays-Bas	Tchécoslovaquie
Hongrie	Pérou	Turquie
Inde	Philippines	Yougoslavie
Iraq	Pologne	

Les comités membres des pays suivants l'ont désapprouvée pour des raisons techniques:

Canada
USA

Épices — Détermination des impuretés

0 Introduction

Les Normes internationales spécifiant les exigences requises pour les épices prescrivent notamment que celles-ci doivent être pratiquement exemptes d'insectes morts, de fragments d'insectes et de contamination par les rongeurs. Pour le contrôle de ces spécifications, l'examen visuel ne convient que dans le cas des épices entières. Pour les épices moulues, la méthode à utiliser est celle spécifiée dans la présente Norme internationale, principalement en cas de litige.

La méthode décrite dans la présente Norme internationale est applicable à la majorité des épices. Toutefois, en raison du nombre et de la diversité de celles-ci, il peut être nécessaire, dans des cas particuliers, d'apporter certaines modifications à la méthode, ou même de choisir une autre méthode plus appropriée. Ces modifications et ces autres méthodes seront indiquées dans les Normes internationales propres aux spécifications des épices considérées.

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination quantitative des impuretés dans les épices. Étant donné qu'aucune limite n'a été prescrite dans les Normes internationales sur les épices, cette méthode doit être utilisée pour recueillir des données complémentaires et pour régler des litiges internationaux.

2 Référence

ISO 948, *Épices — Échantillonnage*.

3 Définition

Dans le cadre de la présente Norme internationale, la définition suivante est applicable.

impuretés: Matières minérales (sable, terre) et matières d'origine animale (fragments d'insectes, poils et excréments de rongeurs) séparées du produit dans les conditions spécifiées.

4 Principe

Lavage du produit avec du chloroforme (après, éventuellement, extraction préliminaire à l'éther de pétrole) et examen du liquide

de lavage pour la recherche du sable et des impuretés lourdes. Lavage du produit à l'eau avec ou sans traitement par l'enzyme pancréatique et agitation avec de l'éther de pétrole, les impuretés légères se rassemblant à l'interface entre les liquides après séparation. Transfert des impuretés légères sur un papier filtre et examen microscopique pour la recherche des contaminants tels que les fragments d'insectes et les poils de rongeurs.

5 Réactifs

L'eau utilisée doit être de l'eau distillée ou de l'eau de pureté au moins équivalente.

5.1 Chloroforme et si cela est spécifié (voir 8.3), **mélanges chloroforme/tétrachlorure de carbone**.

5.2 Pancréatine, solution.

Utiliser de la pancréatine répondant aux spécifications données dans l'annexe, et conservée à 10 °C environ. Utiliser une solution récemment préparée comme suit.

Mélanger 10 g de pancréatine avec 100 ml d'eau chaude (température ne dépassant pas 40 °C). Agiter mécaniquement durant 10 min ou laisser reposer durant 30 min en remuant périodiquement. Verser la solution sur un tampon de coton lâche de 100 mm d'épaisseur, placé dans un entonnoir de 100 à 125 mm de diamètre et de 60° d'angle. Répéter la filtration à travers le même tampon. Si l'une ou l'autre des deux filtrations est lente, filtrer avec aspiration à travers un papier pour filtration rapide, dans un entonnoir de Buchner. Si la filtration est encore lente, verser la solution sur un tampon de coton légèrement tassé dans l'entonnoir de 60° d'angle. Répéter l'opération, si nécessaire, jusqu'à ce que la solution passe rapidement à travers le papier. (La pancréatine soluble peut être filtrée directement à travers le papier avec aspiration.) Diluer le filtrat à 100 ml pour chaque portion de 10 g.

5.3 Orthophosphate trisodique, solution à 50 g/l.

5.4 Formaldéhyde, solution.

5.5 Éther de pétrole, de point d'ébullition compris entre 40 et 60 °C.

5.6 Éther de pétrole, de point d'ébullition compris entre 100 et 120 °C.

6 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et notamment

6.1 Fiole piège (Wildman), composée d'une fiole conique de 1 000 ml, dans laquelle est inséré un bouchon en caoutchouc s'ajustant parfaitement, supporté par une baguette en métal rigide de 5 mm de diamètre, et dépassant la hauteur de la fiole d'environ 100 mm. (Une baguette d'un diamètre supérieur n'est pas souhaitable en raison du trop grand déplacement de liquide qu'elle occasionne.) La baguette est filetée à son extrémité inférieure et munie d'écrous et de rondelles pour la maintenir en place sur le bouchon. La rondelle et l'écrou inférieurs sont pris dans le caoutchouc afin de leur éviter de cogner la fiole. Voir la figure.

En variante, une ampoule à décanter de capacité 1 000 ml peut être utilisée.

6.2 Bêchers, de 600 ml de capacité.

6.3 Entonnoir de Buchner, de 15 cm de diamètre intérieur, muni d'un papier filtre.

6.4 Entonnoir de Buchner, de 7 cm de diamètre intérieur, muni d'un papier filtre portant des lignes parallèles tous les 5 mm.

6.5 Papier filtre, sans cendre.

6.6 Creuset, taré.

6.7 Étuve, réglable à 80 °C.

6.8 Étuve, réglable à 103 °C.

6.9 Boîte de Petri, de 80 mm de diamètre.

6.10 Appareil d'optique approprié (microscope, loupe binoculaire, etc. ou, de préférence, un microscope stéréoscopique à large champ de vision).

6.11 Balance.

7 Échantillonnage

Échantillonner le produit suivant la méthode spécifiée dans l'ISO 948.

8 Mode opératoire

NOTE — Afin d'obtenir une séparation satisfaisante des impuretés légères des tissus cellulaires des épices, il peut être nécessaire, soit d'éliminer la plus grande partie des huiles essentielles et de la matière grasse, soit de traiter la prise d'essai à l'enzyme pancréatique pour attaquer l'amidon et les protéines, ou même d'effectuer ces deux opérations.

S'il est nécessaire d'éliminer les huiles essentielles et la matière grasse, opérer selon 8.2; sinon, procéder directement comme décrit en 8.3.

8.1 Prise d'essai

S'assurer que la prise d'essai soit représentative de l'échantillon pour laboratoire (échantillon final).

8.1.1 Épices entières ou en morceaux

Concasser le produit en petits morceaux, peser, à 0,1 g près, 25 g environ de l'échantillon et les transférer dans un bécher (6.2).

8.1.2 Épices moulues

Peser, à 0,1 g près, 25 g environ de l'échantillon et les transférer dans un bécher (6.2).

8.2 Élimination préliminaire des huiles essentielles et de la matière grasse

Dans le bécher ajouter 200 ml d'éther de pétrole (5.5) à la prise d'essai (8.1). Porter, puis maintenir à douce ébullition sur un bain d'eau chaude durant 15 min. Éliminer par décantation l'éther de pétrole en prenant soin de ne pas perdre de produit pendant cette opération.

8.3 Séparation des impuretés lourdes et du sable

À la prise d'essai (8.1) ou au résidu obtenu en 8.2 ajouter dans le bécher 400 ml de chloroforme (5.1). Laisser reposer durant au moins 1 h en remuant périodiquement. Transférer le produit et le solvant sur l'entonnoir de Buchner (6.3), en laissant le résidu lourd de sable et de terre dans le bécher. Essorer. Si une partie appréciable du tissu cellulaire de l'épice se maintient au fond du bécher, ajouter des portions successives de chloroforme mélangé avec du tétrachlorure de carbone afin d'augmenter la densité relative jusqu'à ce que la totalité du tissu cellulaire de l'épice soit pratiquement séparée par flottation. Transférer le résidu lourd du bécher sur le papier filtre sans cendre (6.5) et laver le résidu avec de l'eau, afin d'éliminer le chlorure de sodium présent dans l'épice. Examiner le résidu. S'il y a un résidu important, mettre le papier filtre dans le creuset taré (6.6), calciner et peser le sable et la terre.

8.4 Traitement du résidu retenu sur l'entonnoir de Buchner

Sécher le produit retenu sur l'entonnoir de Buchner (voir 8.3) durant 1 h dans l'étuve (6.7) réglée à 80 °C.

8.4.1 Mode opératoire sans traitement enzymatique

Transférer le résidu dans la fiole piège (6.1). Ajouter 150 ml environ d'eau, porter à l'ébullition et laisser bouillir doucement durant 15 min en remuant. Laver l'intérieur de la fiole en faisant couler de l'eau, et refroidir jusqu'à une température inférieure à 20 °C, tout en amenant jusqu'à 600 ml environ avec de l'eau.

8.4.2 Mode opératoire par traitement enzymatique

Transférer le résidu sec dans un bécher de 600 ml (6.2). Ajouter 300 ml d'eau et agiter jusqu'à ce que le mélange soit homogène. Ajouter 50 ml de la solution de pancréatine (5.2) et

mélanger. Ajuster le pH à 8 avec la solution d'orthophosphate trisodique (5.3). Réajuster le pH après 15 min, puis une nouvelle fois après 45 min environ. Ajouter 5 gouttes de la solution de formaldéhyde (5.4) et laisser l'attaque se faire toute une nuit à une température de 37 à 40 °C. Refroidir et transférer le produit dans la fiole piège (6.1), tout en amenant jusqu'à 600 ml environ avec de l'eau.

8.5 Séparation des impuretés légères

8.5.1 Ajouter 25 ml d'éther de pétrole (5.6) en les versant le long de la baguette agitateur de la fiole piège. Incliner la fiole sous un angle d'environ 45° par rapport à la verticale et, par un mouvement vif de rotation de 4 impulsions par seconde, mélanger durant 1 min, de façon que le liquide soit amené à tourner. Éviter les projections hors de la surface du liquide dans la fiole piège munie du bouchon en caoutchouc.

Laisser reposer durant 5 min. Puis, remplir la fiole avec de l'eau et laisser reposer durant 30 min. Remuer toutes les 5 min.

8.5.2 Faire tourner rapidement le bouchon pour entraîner le sédiment, amener le bouchon aussi loin que possible dans le col de la fiole, en s'assurant que la couche d'éther de pétrole et au moins 1 cm du liquide se situant en dessous de l'interface se trouvent au-dessus du bouchon. Maintenir le bouchon en place et transvaser le liquide piégé dans l'entonnoir de Buchner (6.4). Filtrer.

8.5.3 Ajouter 15 ml d'éther de pétrole (5.6) dans la fiole piège et mélanger soigneusement. Au bout de 15 min, répéter les opérations décrites en 8.5.2. Si la deuxième extraction donne une quantité appréciable d'impuretés, décantier le plus possible du liquide de la fiole, ajouter encore 15 ml d'éther de pétrole (5.6) et effectuer une troisième extraction.

8.6 Examen microscopique des impuretés légères

Retirer le papier filtre de l'entonnoir de Buchner et le transférer dans une boîte de Petri (6.9). Introduire la boîte de Petri dans l'étuve (6.8) réglée à 103 °C et l'y laisser 30 min. Le papier filtre séché est soigneusement collé sur la boîte de Petri.

Examiner la totalité de la surface du papier filtre au moyen de l'appareil optique (6.10), en lumière réfléchie, tout en remuant et en sondant simultanément avec une aiguille montée.

Effectuer l'examen de gauche à droite, de haut en bas pour le premier intervalle, de bas en haut pour le second, de haut en bas pour le troisième et ainsi de suite.

9 Expression des résultats

9.1 Impuretés lourdes (voir 8.4)

Noter la présence de matières d'origine minérale.

Si la quantité de sable et de terre est telle qu'elle a nécessité la calcination et la pesée de ces impuretés, la teneur en impuretés minérales du produit, exprimée en pourcentage en masse, est égale à

$$m_1 \times \frac{100}{m_0}$$

où

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

m_1 est la masse, en grammes, du résidu obtenu (8.3).

9.2 Impuretés légères (voir 8.6)

Noter la présence de matières d'origine animale (voir 8.6).

Noter séparément, si c'est demandé, les nombres de fragments d'insectes, de poils de rongeurs et d'autres matières d'origine animale présents dans la prise d'essai, c'est-à-dire les nombres pour 25 g d'échantillon.

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'indentification complète de l'échantillon.

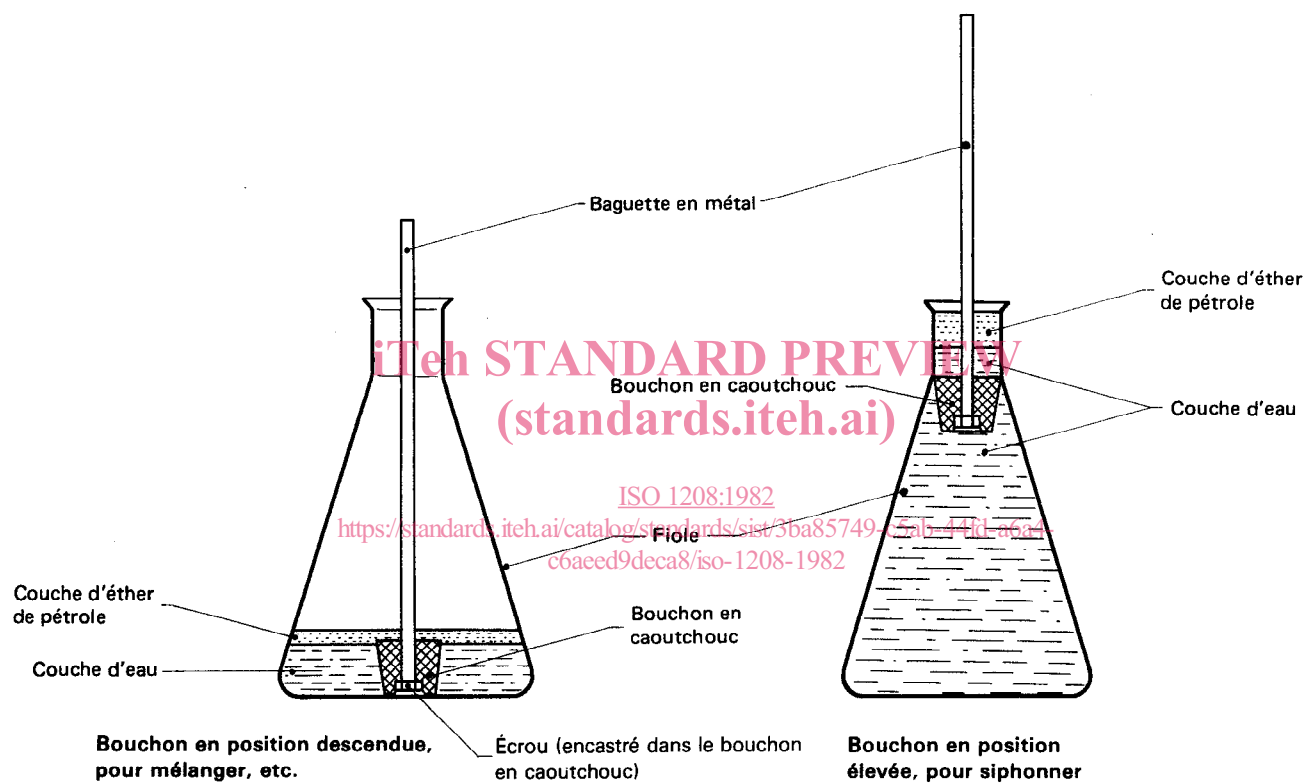


Figure — Fiole piège de Wildman (6.1), montrant la procédure d'utilisation

NOTE — L'écrou et la rondelle supérieurs ont été omis.

Annexe

Pancréatine — Spécifications

A.0 Généralités

La pancréatine est une substance contenant des enzymes, en particulier l'amylase pancréatique, la trypsine et la lipase pancréatique, obtenues à partir du pancréas du porc, *Sus scrofa* Linne var. *domesticus* Gray (Famille des suidés) ou du bœuf, *Bos taurus* Linne (Famille des bovidés). La pancréatine ne transforme pas moins de 25 fois sa masse de fécule de pomme de terre de référence (National Formulary Potato Starch Reference Standard) en hydrates de carbone solubles, et pas moins de 25 fois sa masse de caséine en protéoses. De la pancréatine ayant un pouvoir d'attaque plus élevé peut être utilisée dans cette norme en y incorporant du lactose ou du saccharose ne contenant pas plus de 3,25 % d'amidon, ou de la pancréatine ayant un pouvoir d'attaque inférieur.

A.1 Description

La pancréatine se présente sous la forme d'une poudre amorphe de couleur crème ayant une odeur faible, caractéristique mais pas désagréable. La pancréatine transforme les protéines en protéoses et en substances dérivées, et convertit l'amidon en dextrines et en sucres. Elle a son activité la plus élevée en milieu neutre ou faiblement alcalin. Elle est rendue inerte s'il y a présence de quantités importantes d'hydroxydes alcalins ou s'il y a plus que des traces d'acides minéraux. Un excès de carbonate alcalin inhibe également son action.

A.2 Contrôle de matières grasses

Introduire 2 g de pancréatine dans une fiole de 50 ml environ, ajouter 20 ml d'oxyde diéthylique, la boucher et la laisser de côté durant plusieurs heures en remuant par rotation à des intervalles fréquents. Décanter l'oxyde diéthylique surnageant à l'aide d'une baguette d'entraînement sur un papier filtre lisse d'environ 7 cm de diamètre, préalablement humidifié à l'oxyde diéthylique, et recueillir le filtrat dans un bécher taré. Au résidu restant dans la fiole, ajouter une nouvelle portion de 10 ml d'oxyde diéthylique, en procédant de la même façon que précédemment, puis une troisième portion de 10 ml d'oxyde diéthylique, et transférer l'oxyde diéthylique et le résidu de pancréatine sur le filtre. Laisser s'égoutter et s'évaporer l'oxyde diéthylique spontanément, et sécher le résidu à 105 °C durant 2 h. Le résidu de matière grasse ne doit pas peser plus de 60 mg (3,0 %).

La teneur en matière grasse peut également être déterminée en utilisant un appareil à extraction continue de Soxhlet.

A.3 Détermination du pouvoir d'attaque de l'amidon

Déterminer la teneur en eau sur 500 mg environ, pesés avec précision, de fécule de pomme de terre de référence (National Formulary Potato Starch Reference Standard) en séchant à 120 °C durant 4 h. Porter et maintenir à l'ébullition une quantité suffisante d'eau durant 10 min, et la laisser refroidir à la température ambiante. Utiliser par la suite cette eau pour toutes les dilutions faites avec de l'eau.

Mélanger soigneusement une quantité de fécule de pomme de terre de référence équivalant à 3,75 g de témoin de référence sec, avec 10 ml d'eau. Ajouter le mélange, en remuant constamment, à 75 ml d'eau préalablement chauffée à 55 °C environ contenue dans un bécher de 250 ml taré.

Entraîner l'amidon restant et l'introduire dans le bécher avec 10 ml d'eau. Chauffer le mélange jusqu'à l'ébullition et laisser bouillir doucement, en remuant constamment, durant 5 min. Ajouter suffisamment d'eau pour amener la masse du mélange à 100 g, refroidir la pâte à 40 °C et placer le bécher dans un bain d'eau maintenue à 40 °C. Mettre en suspension dans un bécher de 250 ml contenant 5 ml d'eau, 150 mg de pancréatine à tester et ajouter la suspension à la pâte d'amidon, bien la mélanger en versant le mélange de bécher à bécher durant 30 s, en notant l'heure à laquelle la suspension de pancréatine a été ajoutée en premier à la pâte. Maintenir le mélange à la température de 40 °C durant 5 min exactement. Remuer et ajouter immédiatement 0,1 ml de ce mélange à une solution préalablement préparée par addition de 0,2 ml de solution d'iode, $c^{(1/2 I_2)} = 0,1 \text{ mol/l}$, à 60 ml d'eau, à une température de 23 à 25 °C, et mélanger: aucune coloration bleue ou violette ne doit se produire.

A.4 Détermination du pouvoir d'attaque de la caséine

Placer 100 mg de caséine finement pulvérisée dans une fiole jaugée de 50 ml, ajouter 30 ml d'eau et bien agiter pour que la caséine soit en suspension. Ajouter 1,0 ml de solution d'hydroxyde de sodium, $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$, et chauffer le mélange à 40 °C jusqu'à ce que la caséine soit complètement dissoute, ce qui ne doit pas prendre plus de 30 min. Refroidir, diluer à 50 ml avec de l'eau et mélanger. Dissoudre 100 mg de pancréatine à tester dans 500 ml d'eau. Dissoudre également 100 mg de pancréatine de référence pour l'activité d'attaque de la caséine dans 500 ml d'eau, séparément. Mélanger 1 ml d'acide acétique cristallisable avec 9 ml d'eau et 10 ml d'éthanol. Placer respectivement 5 ml de la solution de caséine dans deux tubes à essais. Ajouter, à l'un des deux tubes, 2 ml de solution de pancréatine bien agitée et, à l'autre tube, 2 ml de la solution de référence bien agitée. Ajouter 3 ml d'eau à chaque tube, mélanger doucement par agitation, et immerger immédiatement les tubes à essais dans un bain d'eau à 40 °C et maintenir à cette température durant 1 h. Puis, retirer les tubes du bain d'eau et ajouter, à chaque tube, 3 gouttes du mélange d'acide acétique.

L'intensité du trouble (haze) dans le tube contenant la solution de pancréatine à tester ne doit pas être supérieure à celle du tube contenant la solution de référence.

A.5 Emballage et entreposage

Conserver la pancréatine dans des emballages étanches, de préférence à une température d'environ 10 °C mais en aucun cas supérieure à 30 °C.

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1208:1982

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3ba85749-c5ab-44fd-a6a4-c6aecd9deca8/iso-1208-1982>