
**Farines de blé tendre et semoules
de blé dur — Détermination des
impuretés d'origine animale**

*Wheat flour and durum wheat semolina — Determination of
impurities of animal origin*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 11050:2020](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/27c8438e-e012-4b44-b9c0-32a15d486a65/iso-11050-2020)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/27c8438e-e012-4b44-b9c0-32a15d486a65/iso-11050-2020>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 11050:2020

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/27c8438e-e012-4b44-b9c0-32a15d486a65/iso-11050-2020>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2020

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, 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, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 401 • Ch. de Blandonnet 8
CH-1214 Vernier, Genève
Tél.: +41 22 749 01 11
Fax: +41 22 749 09 47
E-mail: copyright@iso.org
Web: www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

| | |
|--|-----------|
| Avant-propos..... | iv |
| 1 Domaine d'application | 1 |
| 2 Références normatives | 1 |
| 3 Termes et définitions | 1 |
| 4 Principe | 3 |
| 5 Réactifs | 3 |
| 6 Appareillage | 3 |
| 7 Échantillonnage | 5 |
| 8 Mode opératoire | 6 |
| 8.1 Prise d'essai | 6 |
| 8.2 Hydrolyse | 6 |
| 8.3 Séparation des impuretés | 6 |
| 8.4 Filtration | 7 |
| 8.5 Examen au microscope | 7 |
| 8.6 Nombre de déterminations | 8 |
| 9 Expression des résultats | 8 |
| 10 Répétabilité | 8 |
| 11 Rapport d'essai | 8 |
| Annexe A (informative) Caractéristiques des fragments retrouvés sur les filtres | 9 |
| Annexe B (informative) Rapport d'essai — Détermination des impuretés animales selon le présent document | 11 |
| Annexe C (informative) Schéma du mode opératoire | 12 |
| Annexe D (informative) Chronologie des opérations et bilan horaire | 14 |
| Bibliographie | 15 |

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 (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier, de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

L'attention est attirée 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. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la nature volontaire des normes, la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir www.iso.org/avant-propos.

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 34, *Produits alimentaires*, sous-comité SC 4, *Céréales et légumineuses*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 11050:1993) qui a fait l'objet d'une révision technique. Les principales modifications par rapport à l'édition précédente sont les suivantes:

- le domaine d'application a été élargi;
- le protocole a été amélioré pour le rendre plus simple;
- les chiffres ont été actualisés.

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse www.iso.org/fr/members.html.

Farines de blé tendre et semoules de blé dur — Détermination des impuretés d'origine animale

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode de détermination des impuretés d'origine animale dans les farines de blé tendre, avec ou sans additif, ayant un taux de cendres inférieur ou égal à 0,75 % en fraction massique, et dans les semoules de blé dur.

Cette méthode permet de séparer et de dénombrer les souillures d'origine animale, telles que les insectes à tous les stades de leur développement et leurs fragments, les poils de rongeurs et leurs fragments, ainsi que les acariens.

2 Références normatives

Le présent document ne contient aucune référence normative.

3 Termes et définitions

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

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>

3.1

impureté d'origine animale

matière d'origine animale [larves, nymphes ou adultes d'*insectes* (3.10) et leurs fragments, poils de rongeurs et leurs fragments, *acariens* (3.3)] séparée du produit dans les conditions spécifiées dans le présent document

3.2

abdomen

partie postérieure du corps d'un *insecte* (3.10), sans tête ni thorax, comportant huit segments ou plus lorsqu'il est entier

3.3

acarien

arthropode de très petite taille, de la classe des *Arachnida*, vivant souvent en colonies

3.4

appendice

prolongement nettement différencié du corps d'un arthropode

EXEMPLE Pattes, ailes, antennes et *urogomphes* (3.16).

3.5

capsule céphalique

capsule de tête

partie sclérotinisée d'une exuvie contenant la tête de la larve qui a mué

3.6
chenille

larve des *Lepidoptera* spp.

Note 1 à l'article: Le papillon constitue l'adulte et la nymphe s'appelle chrysalide.

3.7
écaille

soie (3.13) transformée en élément plat ressemblant à une écaille de poisson et qui recouvre le corps de certains *insectes* (3.10), en particulier les ailes des *Lepidoptera* spp.

3.8
élytre

aile antérieure indurée des *Coleoptera* spp.

Note 1 à l'article: Est utilisé comme aile fixe durant le vol et comme étui protecteur des ailes postérieures membraneuses.

3.9
fausse patte

extension charnue de la partie inférieure de l'*abdomen* (3.2) de certaines larves, présentant parfois une couronne de fins crochets en chitine

Note 1 à l'article: Ceux-ci aident à la fixation au substrat et au déplacement. Les larves de lépidoptères ont au moins deux paires de fausses pattes placées à la partie postérieure du corps.

3.10
insecte

classe d'animaux de l'embranchement des arthropodes, dont certains sont considérés comme nuisibles pour les denrées entreposées

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

3.11
mandibule

pièce buccale (sclérotinisée) des *insectes* (3.10)

ISO 11050:2020
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/27c8438e-e012-4b44-b9c0-32a15d486a65/iso-11050-2020>

Note 1 à l'article: Sert à la dilacération ou au broyage des aliments.

3.12
péricarpe

enveloppe externe du grain qui donne le son après écrasement du grain et séparation de la farine

3.13
soie

poil fin mais raide, plus ou moins long, présent sur la cuticule des *insectes* (3.10)

Note 1 à l'article: Les poils sensoriels sont appelés «setae».

3.14
stade

état de développement d'un *insecte* (3.10) ou d'un *acarien* (3.3)

EXEMPLE Œuf, larve, nymphe, chrysalide, adulte.

3.15
stade juvénile

stade (3.14) du développement des *insectes* (3.10) avant qu'ils ne soient adultes

EXEMPLE Œuf, larve, nymphe, chrysalide.

Note 1 à l'article: Ce terme est utilisé le plus souvent pour désigner les stades actifs de la larve et de la nymphe.

3.16**urogomphes**

saillies en forme de pointes de la cuticule du dernier segment abdominal des larves de certains insectes

Note 1 à l'article: Ces éléments communs à de nombreuses espèces de *Coleoptera* spp. sont parfois distinctifs.

Note 2 à l'article: Les extensions abdominales des cafards sont appelées «cerci».

4 Principe

Hydrolyse d'une prise d'essai par une solution d'acide chlorhydrique à ébullition. Concentration des particules insolubles (il peut y avoir des impuretés autres que celles d'origine animale) à une interface eau/huile. Séparation par filtration sur papier filtre, examen au microscope et dénombrement en lumière réfléchie des impuretés d'origine animale.

5 Réactifs

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau déminéralisée ou de pureté équivalente.

5.1 Éthanol, d'une fraction volumique de 95 %.

5.2 Solution d'éthanol, d'une fraction volumique de 50 %.

5.3 Éthanol/glycérol, mélange 1 + 1 en volume.

5.4 Solution d'acide chlorhydrique, concentrée de 35 % à 37 %.

5.5 Huile de paraffine (dite «huile de vaseline»), fluide, de viscosité inférieure ou égale à 60 mPa·s à 20 °C.

5.6 Détergent liquide, non moussant.

EXEMPLE Extran, Biodeck 4, Decon 90¹⁾.

5.7 Détergent liquide, solution aqueuse de 1 % en fraction volumique de détergent (5.6) dans une pissette.

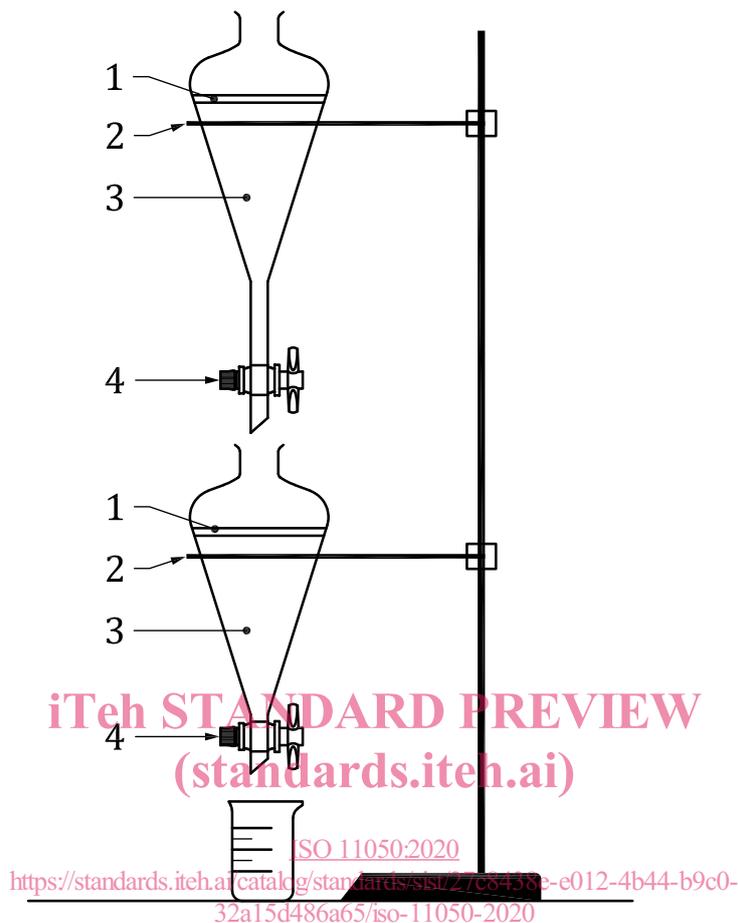
5.8 White spirit désaromatisé (utilisation possible).

6 Appareillage

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

1) Ce sont des exemples de produits appropriés disponibles sur le marché. Ces informations sont données par souci de commodité à l'intention des utilisateurs du présent document et ne sauraient constituer un engagement de l'ISO à l'égard de ces produits.

6.1 Ampoules à décanter, de forme conique, d'une contenance de 1 000 ml, munies d'un robinet en polytétrafluoroéthylène (PTFE) non graissé. Voir le système conseillé à la [Figure 1](#).



Légende

- | | | | |
|---|-----------------------------|---|------------------------|
| 1 | phase légère d'hydrocarbure | 3 | phase aqueuse «lourde» |
| 2 | cercle support | 4 | robinet en PTFE |

Figure 1 — Dispositif de décantation

6.2 Bêcher de forme haute, d'une contenance d'au moins 800 ml, muni d'un verre de montre en Pyrex®²⁾ ou en PFTE de dimensions appropriées pour servir de couvercle.

6.3 Cristalliseur ou cuvette, d'une contenance d'au moins 5 l et de hauteur légèrement inférieure à celle du bêcher ([6.2](#)), servant de bain de refroidissement.

6.4 Éprouvettes graduées, d'une contenance de 25 ml, 50 ml et 500 ml.

6.5 Pissettes, à embout flexible.

2) Pyrex® est la marque d'un produit distribué par Corning Inc. Ces informations sont données par souci de commodité à l'intention des utilisateurs du présent document et ne sauraient constituer un engagement de l'ISO à l'égard de ce produit. Des produits équivalents peuvent être utilisés s'il est démontré qu'ils conduisent aux mêmes résultats.

6.6 Papier filtre³⁾, sans cendres, à filtration rapide, de 90 mm de diamètre, correspondant à celui de l'unité de filtration (6.7), sur lequel on tracera de fines rayures parallèles espacées de 5 mm à l'aide d'un crayon à mine de plomb.

6.7 Unité de filtration, type entonnoir de Büchner, démontable, destinée à recevoir le papier filtre (6.6), avec un bouchon conique d'adaptation sur la fiole à filtrer (6.15).

6.8 Balance analytique, précise à 0,1 g près.

6.9 Microscope optique ou microscope stéréoscopique, dit «loupe binoculaire», à grossissements voisins de $\times 25$ et $\times 50$, de très bonne qualité optique et complété par:

- a) des **oculaires** de grossissement de $\times 15$ ou $\times 20$ permettant un grossissement total maximal de l'objet observé de $\times 75$ ou $\times 80$ (selon le modèle), et éventuellement
- b) un **oculaire micrométrique** pour mesurer les dimensions des impuretés avec une plus grande précision.

6.10 Boîte de Petri, en plastique ou en verre, de 90 mm ou 100 mm de diamètre.

6.11 Aiguille fine, en acier, montée sur un mandrin porte-aiguille.

6.12 Tige d'agitation en plastique ou agitateur en verre, muni(e) d'un embout de protection en caoutchouc ou en matière plastique.

6.13 Agitateur magnétique chauffant, réglé par une thermosonde, permettant de porter un bain d'eau à ébullition.

6.14 Pincettes ou pincettes souples spéciales, pour maintenir le papier filtre (6.6).

6.15 Fiole à filtrer, d'une contenance de 1 l, raccordable sur la pompe à vide (6.17), de préférence, ou sur une trompe à eau (6.17).

6.16 Compte-gouttes.

6.17 Pompe à vide, permettant d'obtenir une pression résiduelle inférieure à 1 000 Pa (10 mbar) ou, à défaut, une **trompe à eau**.

NOTE La durée de filtration est nettement plus longue si une trompe à eau est utilisée.

6.18 Étuve thermostatée, réglable de 37 °C à 40 °C, pouvant être utilisée pour sécher les filtres.

7 Échantillonnage

Pour cette méthode d'essai, il est essentiel que l'ensemble des appareils servant à l'échantillonnage soit soigneusement nettoyé entre chaque opération.

Il est fortement recommandé que les utilisateurs du présent document s'assurent, dans la mesure du possible, que ces exigences sont satisfaites pendant tout le processus d'échantillonnage.

L'échantillonnage ne fait pas partie de la méthode spécifiée dans le présent document. Une méthode d'échantillonnage recommandée est indiquée dans l'ISO 24333.

3) Le papier filtre Whatman® sans cendres, de qualité 41 est un exemple de papier filtre approprié disponible sur le marché. Ces informations sont données par souci de commodité à l'intention des utilisateurs du présent document et ne sauraient constituer un engagement de l'ISO à l'égard de ce produit.

L'échantillon pour laboratoire doit être de 600 g au minimum. Il doit être conservé dans une chambre froide à une température de 4 °C si l'analyse n'est pas réalisée immédiatement.

8 Mode opératoire

IMPORTANT — Toutes les manipulations doivent être effectuées dans un local propre, à l'abri des courants d'air, ou mieux sous une hotte non ventilée. Avant utilisation, tout le matériel doit être lavé à l'eau déminéralisée. Après rinçage et égouttage jusqu'à siccité, tous les récipients doivent être retournés pour éviter toute contamination.

8.1 Prise d'essai

Homogénéiser l'échantillon à l'aide d'une spatule à manche long, puis prélever 50 g ± 0,1 g de produit en les prenant en plusieurs endroits et les mettre dans le bécher (6.2).

8.2 Hydrolyse

8.2.1 Prélever 300 ml d'eau déminéralisée avec l'éprouvette (6.4). Diluer la prise d'essai à l'aide de la tige d'agitation (6.12), en ajoutant l'eau par petites fractions pour éviter la formation de grumeaux. Rincer les bords du bécher, puis la tige d'agitation avec de l'eau déminéralisée. Placer ensuite la tige d'agitation dans un récipient à l'abri de la poussière, par exemple dans une éprouvette.

8.2.2 Placer le bécher sur l'agitateur magnétique (6.13). Introduire le barreau magnétique préalablement rincé à l'eau déminéralisée, puis mettre l'agitateur en marche à faible vitesse de rotation. Ajouter à la solution 20 ml d'acide chlorhydrique concentré (5.4) mesurés dans une éprouvette graduée (6.4). Mettre le chauffage en marche et porter le contenu du bécher (6.2) progressivement à ébullition (afin d'éviter une carbonisation consécutive à la formation de l'empois d'amidon). Après liquéfaction de l'empois, ajouter 30 ml d'huile de paraffine (5.5) mesurés dans une éprouvette graduée (6.4). Laisser bouillir pendant 30 min avec une légère agitation.

8.2.3 Placer le bécher, recouvert de son verre de montre (6.2), dans le cristalliseur ou la cuvette (6.3) rempli(e) d'eau froide jusqu'à obtention d'une température proche de la température ambiante.

8.2.4 Voir l'Annexe C pour un schéma du mode opératoire.

8.3 Séparation des impuretés

8.3.1 Disposer les deux ampoules à décanter (6.1) l'une au-dessus de l'autre de telle façon que l'ampoule supérieure puisse s'écouler directement dans l'ampoule inférieure (voir la Figure 1).

8.3.2 Verser 30 ml d'huile de paraffine (5.5) dans l'ampoule à décanter inférieure.

8.3.3 Retirer le barreau magnétique du bécher et le rincer avec la solution d'éthanol (5.2), en recueillant le produit du rinçage dans le bécher. Transvaser le contenu du bécher dans l'ampoule à décanter supérieure. Rincer la tige d'agitation et les parois du bécher à la pissette (6.5) avec la solution d'éthanol (5.2), en frottant soigneusement les parois du bécher avec la tige d'agitation avant de transvaser le produit du rinçage dans l'ampoule à décanter supérieure. Si nécessaire, il convient de terminer le nettoyage avec de la solution d'éthanol (5.2) en procédant comme décrit ci-dessus.

8.3.4 Retirer l'ampoule à décanter supérieure de son support et agiter le contenu pendant 2 min avec un mouvement tournant pour faire rouler le liquide en une couche mince le long des parois. Replacer ensuite l'ampoule à décanter sur son support, rincer les parois avec de la solution d'éthanol (5.2) et laisser reposer pendant 1 h au moins.

8.3.5 Transférer par écoulement la majeure partie de la phase aqueuse dans l'ampoule à décanter inférieure, en laissant quelques millilitres dans l'ampoule à décanter supérieure (à savoir une couche d'environ 3 cm de haut).

8.3.6 Retirer l'ampoule à décanter inférieure de son support et agiter le contenu de la même façon que décrit en [8.3.4](#).

8.3.7 Ajouter 300 ml de la solution d'éthanol ([5.2](#)) directement dans l'ampoule à décanter supérieure, en faisant couler la solution le long de la paroi.

8.3.8 Retirer l'ampoule à décanter supérieure de son support et agiter le contenu de la même façon que décrit en [8.3.4](#).

8.3.9 Laisser reposer les deux ampoules à décanter pendant au moins 1 h.

8.3.10 Éliminer la majeure partie de la phase aqueuse de l'ampoule à décanter inférieure, en laissant quelques millilitres (ce qui représente une couche d'environ 3 cm).

8.3.11 Répéter les étapes [8.3.5](#) à [8.3.8](#).

8.3.12 Laisser reposer les deux ampoules à décanter pendant au moins 30 min et éliminer la phase aqueuse.

iTeh STANDARD PREVIEW

8.3.13 Ajouter, dans chaque ampoule à décanter, environ 50 ml de white spirit désaromatisé ([5.8](#)) ou environ 20 ml de la solution de détergent liquide non moussant ([5.7](#)).

8.3.14 Les contenus des deux ampoules se trouvent prêts à être filtrés au même moment. Si nécessaire, répéter les étapes [8.3.10](#), [8.3.5](#) et [8.3.6](#). Laisser l'ampoule à décanter inférieure reposer pendant au moins 30 min.

8.4 Filtration

8.4.1 Placer le papier filtre préparé conformément à [6.6](#) dans l'unité de filtration ([6.7](#)) montée sur la fiole à filtrer ([6.15](#)) raccordée à la pompe à vide ([6.17](#)). Imprégner le filtre et mettre en marche la pompe à vide.

8.4.2 Vider le contenu des deux ampoules à décanter directement dans l'unité de filtration et rincer soigneusement les deux ampoules avec la solution de détergent non moussant ([5.7](#)).

NOTE Pour faciliter la lecture, la filtration peut être réalisée sur plusieurs filtres.

8.4.3 Arrêter la pompe. Retirer le filtre avec la pince ([6.14](#)) et le placer dans le fond d'une boîte de Petri contenant quelques gouttes du mélange éthanol/glycérol ([5.3](#)).

NOTE Il est possible de sécher les filtres à l'étuve ([6.18](#)).

8.5 Examen au microscope

IMPORTANT — L'opérateur doit être capable de différencier les débris d'insectes et/ou d'acariens dispersés sur le filtre des fragments de son dans la farine.

À l'aide du microscope ([6.9](#)), identifier les impuretés suivantes sur chaque bande du filtre:

- a) poils de rongeurs et leurs fragments;
- b) insectes entiers (larves, nymphes ou adultes);