
**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 663:2017](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ddc7755d-4879-443e-baaa-29efe90ca181/iso-663-2017)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ddc7755d-4879-443e-baaa-29efe90ca181/iso-663-2017>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 663:2017

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ddc7755d-4879-443e-baaa-29efe90ca181/iso-663-2017>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2017, Publié en Suisse

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, 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, l'affichage sur l'internet ou sur un Intranet, sans autorisation écrite préalable. Les demandes d'autorisation peuvent être adressées à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Ch. de Blandonnet 8 • CP 401
CH-1214 Vernier, Geneva, Switzerland
Tel. +41 22 749 01 11
Fax +41 22 749 09 47
copyright@iso.org
www.iso.org

Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principe	1
5 Réactifs	2
6 Appareillage	2
7 Échantillonnage	2
8 Préparation de l'échantillon pour essai	2
9 Mode opératoire	3
9.1 Prise d'essai	3
9.2 Détermination	3
10 Expression des résultats	4
11 Fidélité	4
11.1 Essais interlaboratoires	4
11.2 Répétabilité	4
11.3 Reproductibilité	4
12 Rapport d'essai	4
Annexe A (informative) Résultats des essais interlaboratoires	5
Bibliographie	6

ISO 663:2017
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ddc7755d-4879-443e-baaa-29efe90ca181/iso-663-2017>

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 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. 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 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'OMC concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: www.iso.org/iso/fr/avant-propos.html.

Le présent document a été élaboré par le comité technique l'ISO/TC 34, *Produits alimentaires*, sous-comité SC 11, *Corps gras d'origines animale et végétale*.

Cette cinquième édition annule et remplace la quatrième édition (ISO 663:2007), dont elle constitue une révision mineure afin d'exclure les corps gras issus du lait et des produits laitiers.

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

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode de détermination de la teneur en impuretés insolubles des corps gras d'origines animale et végétale.

S'il est préférable de ne pas inclure les savons (en particulier les savons de calcium) ou les acides gras oxydés dans la teneur en impuretés insolubles, l'utilisation d'un solvant et d'un mode opératoire différents est nécessaire. Dans ce cas, un accord est à convenir entre les parties concernées.

Le lait et les produits laitiers (ou les corps gras issus du lait et des produits laitiers) sont exclus du domaine d'application du présent document.

2 Références normatives

Les documents suivants cités dans le texte constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

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

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:

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

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 le présent document

Note 1 à l'article: La teneur est exprimée en pourcentage en masse.

Note 2 à l'article: 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

Une prise d'essai est traitée par un excès de *n*-hexane ou d'éther de pétrole, puis la solution obtenue est filtrée. Le filtre et le résidu sont lavés avec le même solvant puis séchés à une température de 103 °C avant d'être pesés.

5 Réactifs

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

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 un indice de brome inférieur à 1.

Le résidu à évaporation complète ne doit pas dépasser 0,002 g pour 100 ml pour les deux solvants.

5.2 Kieselgur, purifié, calciné, de perte de masse inférieure à 0,2 % en masse 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.

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

6.3 Fiole conique, d'une capacité de 250 ml avec bouchon en verre rodé.

6.4 Dessiccateur, contenant un agent déshydratant efficace.

6.5 Papier-filtre sans cendres (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 adapté.

Ce matériel représente une variante au creuset filtrant (6.6) pour tous les produits concernés, à l'exception des 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, d'une capacité de 50 ml et **fiole à filtrer**.

Ce matériel représente une variante à 6.5 pour tous les produits, y compris les huiles acides.

7 Échantillonnage

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 le présent document. Une méthode d'échantillonnage recommandée est indiquée dans l'ISO 5555.

8 Préparation de l'échantillon pour essai

Préparer l'échantillon pour essai conformément à l'ISO 661.

1) Le papier-filtre Whatman 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 du présent document et ne saurait constituer un engagement de l'ISO à l'égard de ces produits.

9 Mode opératoire

9.1 Prise d'essai

Peser, à 0,01 g près, environ 20 g de l'échantillon pour essai (voir [Article 8](#)) dans une fiole conique ([6.3](#)).

9.2 Détermination

9.2.1 Sécher soit le papier-filtre et le vase ([6.5](#)) avec son couvercle, soit le creuset filtrant ([6.6](#)), dans l'étuve ([6.2](#)) réglée à 103 °C. Laisser refroidir dans le dessiccateur ([6.4](#)), puis peser à 0,001 g près. Pour les huiles acides, préparer le creuset filtrant comme décrit en [9.2.7](#) et poursuivre comme indiqué en [9.2.2](#).

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 l'utilisation d'une fiole de plus grande capacité peut donc s'avérer nécessaire.

Laisser reposer à une température d'environ 20 °C pendant 30 min.

9.2.3 Filtrer à travers le papier-filtre placé dans un entonnoir approprié ou à travers le creuset filtrant, en utilisant une aspiration si nécessaire. Rincer la fiole afin de s'assurer que toutes les impuretés présentes sont entraînées sur le papier-filtre ou dans le creuset filtrant.

Laver le papier-filtre ou le creuset filtrant en y versant de petites quantités du même solvant que celui utilisé en [9.2.2](#), mais pas plus que nécessaire pour que le dernier filtrat soit exempt de matières grasses. Réchauffer le solvant, si nécessaire, à une température maximale de 60 °C de manière à dissoudre toutes les matières grasses solidifiées retenues sur le filtre.

9.2.4 Si un papier-filtre est utilisé, le retirer de l'entonnoir et le placer dans le vase. Laisser s'évaporer à l'air la majeure partie du solvant restant sur le papier-filtre et terminer l'évaporation dans l'étuve réglée à 103 °C. Retirer ensuite 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 un creuset filtrant est utilisé, laisser s'évaporer à l'air la majeure partie du solvant restant sur le creuset filtrant sous une hotte d'aspiration, et terminer l'évaporation dans l'étuve réglée à 103 °C. Puis retirer de l'étuve, laisser refroidir dans le dessiccateur ([6.4](#)) et peser à 0,001 g près.

9.2.6 Si l'on souhaite déterminer la teneur en impuretés organiques, l'utilisation d'un papier-filtre sans cendres préalablement séché et pesé s'avère nécessaire. Dans ce cas, le papier-filtre contenant les impuretés insolubles doit être incinéré et la masse de cendres obtenues doit être soustraite de la masse des impuretés insolubles.

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

9.2.7 Si des huiles acides sont analysées, garnir le creuset filtrant en verre avec du kieselgur ([5.2](#)) comme suit. Dans un bécher en verre de 100 ml, préparer un mélange avec 2 g de kieselgur 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 kieselgur sur le filtre en verre.

Sécher le creuset filtrant en verre ainsi préparé pendant 1 h dans l'étuve ([6.2](#)) réglée à 103 °C. 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, w , exprimée en pourcentage en masse, est égale à:

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

où

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

m_1 est la masse du vase avec son couvercle et du papier-filtre, ou du creuset filtrant (voir 9.2.1), en grammes;

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

Noter le résultat avec deux décimales.

11 Fidélité

11.1 Essais interlaboratoires

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

11.2 Répétabilité

ISO 663:2017

La différence absolue entre deux résultats d'essai individuels et indépendants, obtenus à l'aide de la même méthode, sur un matériau identique soumis à essai dans le même laboratoire, par le même opérateur utilisant le même appareillage et dans un court intervalle de temps, ne dépassera la valeur de la limite de répétabilité, r , indiquée dans le Tableau A.1 que dans 5 % des cas au plus.

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 essai dans différents laboratoires, avec différents opérateurs utilisant un appareillage différent, ne dépassera la valeur de la limite de reproductibilité, R , indiquée dans le Tableau A.1 que dans 5 % des cas au plus.

12 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit spécifier les informations suivantes:

- toutes les informations nécessaires à l'identification complète de l'échantillon;
- la méthode d'échantillonnage utilisée, si elle est connue;
- la méthode d'essai utilisée, avec référence au présent document, c'est-à-dire ISO 663;
- le solvant utilisé;
- tous les détails opératoires non spécifiés dans le présent document ou considérés comme facultatifs, ainsi que les détails de tous les incidents susceptibles d'avoir eu une incidence sur les résultats d'essai;
- le résultat d'essai obtenu ou, si la répétabilité a été vérifiée, le résultat final obtenu.

Annexe A (informative)

Résultats des essais interlaboratoires

Des essais interlaboratoires sur la détermination des impuretés insolubles présentes 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 réalisés conformément à l'ISO 5725-2.

Les résultats figurent dans le [Tableau A.1](#).

Tableau A.1 — Résultats des essais interlaboratoires sur différentes huiles

Échantillon	RDB oléine de palme	RDB huile de palme	Huile de palmiste brute	Oléine de palme brute	Huile de poisson brute	Huile de palme brute
Nombre de laboratoires participants	16	35	41	27	41	12
Nombre de laboratoires retenus après élimination des valeurs aberrantes	16	31	33	26	35	11
Nombre de résultats d'essai individuels obtenus par tous les laboratoires sur chaque échantillon	16	93	66	52	70	22
Valeur moyenne, %	0,004	0,008	0,012	0,016	0,021	0,025
Écart-type de répétabilité, s_r	0,003	0,003	0,003	0,005	0,004	0,004
Coefficient de variation de répétabilité, %	57,1	41,1	22,4	30,5	20,4	14,8
Limite de répétabilité, r ($s_r \times 2,8$)	0,007	0,009	0,008	0,013	0,012	0,010
Écart-type de reproductibilité, s_R	0,005	0,010	0,010	0,009	0,009	0,013
Coefficient de variation de reproductibilité, %	116,6	119,6	81,2	58,4	39,8	52,3
Limite de reproductibilité, R ($s_R \times 2,8$)	0,014	0,027	0,028	0,026	0,024	0,037