
**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 28198:2018](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1c9888d9-e175-4e6e-859c-ca0dc2fe6ff7/iso-28198-2018)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1c9888d9-e175-4e6e-859c-ca0dc2fe6ff7/iso-28198-2018>



iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 28198:2018

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1c9888d9-e175-4e6e-859c-ca0dc2fe6ff7/iso-28198-2018>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2018

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	1
5 Réactifs	2
6 Appareillage	2
7 Échantillonnage	3
7.1 Généralités.....	3
7.2 Préparation de l'échantillon pour essai.....	3
8 Mode opératoire	3
9 Calcul	4
10 Fidélité	4
10.1 Essais interlaboratoires.....	4
10.2 Répétabilité.....	4
10.3 Reproductibilité.....	4
11 Rapport d'essai	4
Annexe A (informative) Résultats des essais interlaboratoires	5
Bibliographie	7

iTech STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 28198:2018
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1c9888d9-e175-4e6e-859c-ca0dc2fe6ff7/iso-28198-2018>

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.

(standards.iteh.ai)

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 le lien suivant: www.iso.org/iso/fr/avant-propos.

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

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 28198:2009), qui a fait l'objet d'une révision technique pour inclure un mode opératoire pour les échantillons troubles.

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.

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

1 Domaine d'application

Le présent document 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 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

matières insolubles dans le toluène

MIT

w_{MIT}

quantité des substances insolubles dans le toluène dans les conditions spécifiées dans le présent document

Note 1 à l'article: La teneur en matières insolubles dans le toluène est exprimée en fraction massique en grammes pour 100 g.

4 Principe

4.1 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 ± 2) °C, puis pesé.

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

5 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.

5.1 Toluène.

6 Appareillage

6.1 Creuset filtrant en verre P 40¹⁾, 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 la Référence [5]). Conformément à ISO 4793[4], 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 nettoyante sans phosphate²⁾ 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.

6.2 Étuve de séchage, pouvant être maintenue à $(103 \pm 2)^\circ\text{C}$.
ISO 28198:2018
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1c9888d9-e175-4e6e-859c-ca0dc2fe6ff7/iso-28198-2018>

6.3 Dessiccateur, avec gel de silice.

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

6.5 Flacon filtrant.

6.6 Pompe à vide (pour la filtration).

6.7 Balance analytique, capable de réaliser des pesées à 0,001 g près.

6.8 Éprouvette graduée, d'une capacité de 50 ml.

6.9 Baguettes en verre de différentes tailles.

1) Le creuset filtrant Duran®, porosité 3, diamètre 36 mm, est un exemple de produit 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.

2) Extran® MA03 sans phosphate est un exemple de produit 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.

7 Échantillonnage

7.1 Généralités

Il convient qu'un échantillon représentatif soit envoyé au laboratoire. Il convient qu'il ne soit 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 décrite dans l'ISO 5555[2].

7.2 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.

8 Mode opératoire

8.1 Sécher le creuset filtrant en verre pendant 1 h à 103 °C dans l'étuve (6.2), le laisser refroidir à température ambiante dans le dessiccateur (6.3) et le peser (6.7) à 0,1 mg près.

8.2 À partir de l'échantillon pour essai (7.2), peser (6.7) précisément une prise d'essai d'environ 10,00 g à 0,01 g près dans le bécher (6.4).

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.

8.3 Dissoudre la prise d'essai dans 100 ml de toluène en remuant à l'aide d'une baguette en verre. Si nécessaire, laisser décanter les matières solides à l'origine de la turbidité de manière que la phase supérieure devienne limpide. Toutefois, si les matières solides ne décanter pas en moins de 12 h, passer à 8.4.

8.4 Filtrer sous vide la solution ou la dispersion à l'aide du creuset filtrant en verre (6.1) préalablement pesé. Filtrer d'abord les trois quarts de la phase supérieure à travers le filtre, puis redisperser les matières insolubles dans le toluène en remuant le bécher et filtrer la dispersion restante. Rincer le bécher deux fois avec 25 ml de toluène (en utilisant une éprouvette graduée), en filtrant à chaque fois comme précédemment, à l'aide du creuset filtrant en verre.

8.5 Sécher le creuset filtrant à 103 °C dans l'étuve (6.2) pendant 2 h, le laisser refroidir à température ambiante dans le dessiccateur (6.3), puis le peser (6.7) 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.

8.6 Placer ensuite le creuset filtrant dans l'étuve (6.2) pendant 30 min, puis le laisser refroidir à température ambiante dans le dessiccateur (6.3) et le peser (6.7). La différence de masse par rapport à la masse mesurée en 8.5 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.

9 Calcul

La teneur en matières insolubles dans le toluène, w_{MIT} , exprimée en grammes pour 100 g, est donnée par la [Formule \(1\)](#):

$$w_{MIT} = \frac{m_2 - m_1}{m_0} \times 100 \quad (1)$$

où

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

m_1 est la masse, en grammes, du creuset ([8.1](#));

m_2 est la masse, en grammes, du creuset avec le résidu ([8.5](#)).

Noter le résultat avec deux décimales.

10 Fidélité

10.1 Essais interlaboratoires

Les données relatives aux essais interlaboratoires concernant la fidélité de la méthode sont résumées dans 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.

10.2 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.

10.3 Reproductibilité

La différence absolue entre deux résultats d'essai individuels 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.

11 Rapport d'essai

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

- le(s) résultat(s) d'essai obtenu(s);
- la méthode d'essai utilisée, avec une référence au présent document, à savoir l'ISO 28198;
- toutes les informations nécessaires à l'identification complète de l'échantillon;
- la méthode d'échantillonnage utilisée, si elle est connue;
- tous les détails opératoires non spécifiés dans le présent document, ou considérés comme facultatifs, ainsi que les détails relatifs à tout incident éventuel susceptible d'avoir eu une incidence sur le(s) résultat(s).

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[3] et l'ISO 5725-2[4], 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 participants, N	7	7	6
Nombre de laboratoires retenus après élimination des valeurs aberrantes, n	7	7	6
Nombre de résultats d'essai individuels de 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, $C_{V,r}$, %	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, $C_{V,R}$, %	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 participants, N	14	14	12	14	14	13
Nombre de laboratoires retenus après élimination des valeurs aberrantes, n	13	11	11	13	11	10
Nombre de résultats d'essai individuels de 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, $C_{V,r}$, %	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, $C_{V,R}$, %	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