

34

# ISO

ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

## RECOMMANDATION ISO R 711

CÉRÉALES ET PRODUITS CÉRÉALIERS

DOSAGE DE L'EAU

(Méthode de référence fondamentale)

---

1<sup>ère</sup> ÉDITION

Avril 1968

### REPRODUCTION INTERDITE

Le droit de reproduction des Recommandations ISO et des Normes ISO est la propriété des Comités Membres de l'ISO. En conséquence, dans chaque pays, la reproduction de ces documents ne peut être autorisée que par l'organisation nationale de normalisation de ce pays, membre de l'ISO.

Seules les normes nationales sont valables dans leurs pays respectifs.

Imprimé en Suisse

Ce document est également édité en anglais et en russe. Il peut être obtenu auprès des organisations nationales de normalisation.

## HISTORIQUE

La Recommandation ISO/R 711, *Céréales et produits céréaliers – Dosage de l'eau (Méthode de référence fondamentale)*, a été élaborée par le Comité Technique ISO/TC 34, *Produits agricoles alimentaires*, dont le Secrétariat est assuré par le Magyar Szabványügyi Hivatal (MSZH).

Les travaux relatifs à cette question furent entrepris par le Comité Technique en 1960 et aboutirent, en 1965, à l'adoption d'un Projet de Recommandation ISO.

En mars 1966, ce Projet de Recommandation ISO (N° 908) fut soumis à l'enquête de tous les Comités Membres de l'ISO. Il fut approuvé, sous réserve de quelques modifications d'ordre rédactionnel, par les Comités Membres suivants :

Afrique du Sud,	France	Portugal
Rép. d'	Hongrie	R.A.U.
Allemagne	Inde	Roumanie
Australie	Iran	Royaume-Uni
Belgique	Norvège	Tchécoslovaquie
Bulgarie	Nouvelle-Zélande	U.R.S.S.
Colombie	Pays-Bas	Yougoslavie
Finlande	Pologne	

Un Comité Membre se déclara opposé à l'approbation du Projet :

Chili

Le Projet de Recommandation ISO fut alors soumis par correspondance au Conseil de l'ISO qui décida, en avril 1968, de l'accepter comme RECOMMANDATION ISO.

## CÉRÉALES ET PRODUITS CÉRÉALIERS

## DOSAGE DE L'EAU

(Méthode de référence fondamentale)

## INTRODUCTION

La méthode de référence fondamentale décrite par la présente Recommandation ISO pour le dosage de l'eau dans les céréales et produits céréaliers, a été mise au point pour assurer l'élimination complète de l'eau du produit, ainsi que le montrent les essais de réversibilité et d'addition d'eau, tout en évitant une modification chimique de la substance, en particulier son oxydation ou le départ des substances organiques volatiles. Dans l'état actuel des connaissances, cette méthode permet d'obtenir pratiquement la teneur en eau des céréales et des produits céréaliers.

**1. OBJET**

1.1 La présente Recommandation ISO a pour objet de décrire la méthode de référence fondamentale pour le dosage de l'eau dans les céréales et les produits céréaliers.

**1.2 Domaine d'application**

Cette méthode est destinée à servir d'étalon pour le contrôle et le perfectionnement de méthodes spécialement appropriées à la détermination pratique de la teneur en eau dans les céréales et les produits céréaliers. Elle n'est pas destinée à être utilisée pour le règlement des litiges commerciaux.

NOTE. — Pour plus de simplification, le terme *produit* employé dans les chapitres suivants, désigne soit une céréale, soit un produit céréalier.

**2. DÉFINITION**

On entend par *teneur en eau* la perte de masse, exprimée en pourcent de la masse de l'échantillon initial, subie par le produit dans les conditions spécifiées par la présente Recommandation ISO.

**3. PRINCIPE**

Mesure de la perte de masse lorsque le produit, broyé si nécessaire, sans modification de sa teneur en eau, est mis en équilibre avec une atmosphère anhydre à une température comprise entre 45 et 50 °C, sous une pression de 13 à 26 mbar (soit 10 à 20 mmHg).

#### 4. APPAREILLAGE

- 4.1 *Balance analytique.*
- 4.2 *Appareil permettant d'obtenir une pression de 13 à 26 mbar (10 à 20 mmHg), trompe à eau, par exemple.*
- 4.3 *Broyeur*
- construit en matériau n'absorbant pas l'humidité,
  - facile à nettoyer et présentant un espace mort minimal,
  - permettant un broyage rapide et uniforme sans provoquer d'échauffement sensible, et en évitant au maximum le contact avec l'air extérieur,
  - pouvant être réglé de façon à obtenir des dimensions de particules correspondant aux indications fixées au paragraphe 5.1.1.
- 4.4 *Vase métallique* non attaquable, muni d'un couvercle suffisamment étanche; surface utile permettant d'obtenir une répartition de la prise d'essai d'au maximum 0,3 g au cm<sup>2</sup>\*.
- 4.5 *Nacelle* en verre ou en porcelaine.
- 4.6 *Tube à dessiccation en verre\*\** dont une partie est fermée à une extrémité et l'autre porte une tubulure semi-capillaire munie d'un robinet, pour faire le vide. Les deux parties sont reliées par un assemblage rodé.
- La prise d'essai peut y refroidir après séchage, ce qui rend inutile le dessiccateur.
- 4.7 *Etuve isotherme à chauffage électrique*, ou tout autre système permettant de porter la partie de l'enceinte contenant le vase à prélèvement (4.4) à une température comprise entre 45 et 50 °C.
- 4.8 *Système dessécheur d'air* : barboteur à acide sulfurique pur pour analyse,  $\rho_{20} \geq 1,83$  g/ml, relié à un tube contenant du pentoxyde de phosphore pur pour analyse, réparti sur de la fibre de verre.
- 4.9 *Dessiccateur*, garni d'un agent déshydratant efficace.

#### 5. MODE OPÉRATOIRE

Faire les pesées à  $\pm 0,0002$  g près.

\* Voir Annexe A.2, à titre indicatif, un schéma de vase métallique.

\*\* Voir Annexe A.1, à titre indicatif, un schéma de tube à dessiccation.

## 5.1 Préparation de l'échantillon

### 5.1.1 Produits ne nécessitant pas de broyage

Les produits qui ont des particules de dimensions inférieures ou égales à 1,7 mm, dont moins de 10 % en masse sont supérieures à 1 mm et plus de 50 % en masse inférieures à 0,5 mm, n'ont pas besoin d'être broyés avant la détermination.

### 5.1.2 Produits nécessitant un broyage

Si l'échantillon ne correspond pas aux caractéristiques granulométriques précitées, il est nécessaire de le broyer avec ou sans conditionnement préalable.

#### 5.1.2.1 BROYAGE AVEC CONDITIONNEMENT PRÉALABLE

C'est le cas des produits qui ne risquent pas de variations de teneur en eau au cours du broyage; en général, cas de grains dont la teneur en eau est comprise entre 7 et 17 %.

Régler le broyeur (4.3) pour obtenir des particules de dimensions indiquées au paragraphe 5.1.1 et y broyer une petite quantité du produit que l'on rejette.

Broyer ensuite rapidement environ 3,5 g d'échantillon.

Verser la mouture obtenue dans le vase d'essai (4.4) préalablement séché et taré; fermer rapidement celui-ci et le peser. Effectuer alors la détermination.

Le temps qui sépare la prise d'échantillon de la pesée avant déshydratation doit être inférieur à 2 minutes dans le cas des petits broyeurs classiques à cônes ou à percussion.

#### 5.1.2.2 BROYAGE SANS CONDITIONNEMENT PRÉALABLE

Les produits trop secs (teneur en eau inférieure à 7 %) ou trop humides (teneur en eau supérieure à 17 %) doivent être convenablement humidifiés, ou préalablement séchés sans broyage.

Dans le cas de produits dont la teneur en eau est inférieure à 7 %, rehumidifier l'échantillon en le plaçant dans une atmosphère convenable pour ramener la teneur finale en eau entre 7 et 17 % (si possible entre 9 et 15 %).

Le cas le plus fréquent est le séchage préalable des grains, qui doit être généralement effectué lorsque la teneur en eau est supérieure à 17 %, pour la ramener dans les limites de 7 à 17 % (si possible entre 9 et 15 %). Peser environ 3,5 g de l'échantillon et effectuer les opérations de séchage selon les prescriptions du paragraphe 5.3, excepté que la durée de séchage est de 1 heure 30 minutes à 2 heures au maximum, et qu'il n'est pas nécessaire alors de renouveler le pentoxyde de phosphore.

Peser à nouveau l'échantillon après le conditionnement, et le broyer immédiatement dans le broyeur (4.3) préalablement réglé. Verser la mouture dans le vase d'essai (4.4). Peser à nouveau en s'assurant qu'il ne s'écoule pas plus de 2 minutes entre les deux pesées. Procéder alors à la détermination.

## 5.2 Prise d'essai

5.2.1 Dans le cas de produits ne nécessitant pas de broyage (voir paragraphe 5.1.1), en opérant rapidement

- introduire environ 3 g de substance dans le vase métallique (4.4), taré après séjour dans l'étuve (4.7), et refroidissement au dessiccateur (4.9) jusqu'à la température du laboratoire,
- fermer le vase et le peser.

5.2.2 Dans le cas de produits ayant nécessité un broyage (voir paragraphe 5.1.2), utiliser comme prise d'essai la mouture se trouvant dans le vase (4.4) fermé et pesé (voir paragraphes 5.1.2.1 et 5.1.2.2).

## 5.3 Détermination

Placer le vase (4.4) ouvert, contenant la prise d'essai, au fond du tube à assemblage rodé (4.6); introduire à proximité une nacelle (4.5) contenant l'anhydride phosphorique sur une épaisseur d'environ 1 cm. Relier les deux parties du tube à dessiccation; ramener la pression dans l'enceinte à une valeur de l'ordre de 13 à 26 mbar (soit 10 à 20 mmHg) progressivement, pour éviter les projections de substance (par exemple, par l'intermédiaire d'un tube semi-capillaire). Fermer la communication avec l'appareil à faire le vide. Porter la partie du tube contenant le vase à l'étuve (4.7) à 50 °C.

Dès que l'anhydride phosphorique est pris en masse, le renouveler après avoir rétabli la pression atmosphérique à l'intérieur du tube à dessiccation (4.6) en faisant entrer lentement, à l'aide du tube semi-capillaire, de l'air ayant traversé le système dessécheur (4.8). Reboucher le tube à dessiccation et poursuivre le séchage sous vide à 50 °C en opérant comme précédemment.

Après environ 100 heures, retirer le tube de l'étuve, laisser refroidir jusqu'à la température du laboratoire, rétablir à l'intérieur la pression atmosphérique en suivant les indications précédentes. En opérant rapidement, retirer le vase, le couvrir et le peser.

Poursuivre la déshydratation jusqu'à masse constante (moins de 0,0006 g d'écart entre deux pesées effectuées à 48 heures d'intervalle).

Effectuer au moins deux déterminations sur le même échantillon.

## 6. EXPRESSION DES RÉSULTATS

### 6.1 Mode de calcul et formules

La teneur en eau, en pour cent en masse, du produit tel quel, est égale à

- sans conditionnement préalable

$$(M_o - M_3) \times \frac{100}{M_o}$$

- avec conditionnement préalable

$$\left[ (M_2 - M_3) \times \frac{M_1}{M_2} + M_o - M_1 \right] \times \frac{100}{M_o} = 100 \left( 1 - \frac{M_1 \cdot M_3}{M_o \cdot M_2} \right)$$

où

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

$M_1$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai après conditionnement;

$M_2$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai après broyage;

$M_3$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai sèche.

Prendre comme résultat la moyenne arithmétique des déterminations si la condition de répétabilité est remplie.

## 6.2 Répétabilité

La différence entre les résultats de deux déterminations effectuées simultanément, ou rapidement l'une après l'autre, par le même analyste, ne doit pas excéder 0,1 g d'eau pour 100 g d'échantillon. Dans le cas contraire, la détermination doit être refaite en double.

Avec un peu de pratique, on obtient dans un même laboratoire des écarts inférieurs à 0,05 g d'eau pour 100 g d'échantillon.

## 7. NOTES SUR LE MODE OPÉRATOIRE

- 7.1 La zone de teneurs en eau indiquée pour le conditionnement des grains de céréales avant broyage correspond approximativement à une atmosphère dans le laboratoire de 20 °C et de 40 à 70 % d'humidité relative. Il y aurait lieu de la modifier pour des conditions atmosphériques différentes.
- 7.2 La durée du séchage préalable est fournie à titre indicatif. Vérifier qu'elle permet d'obtenir le conditionnement désiré avec l'appareillage et les céréales utilisés. La durée de séchage est de l'ordre de 150 heures au minimum.
- 7.3 Une coloration à la surface du pentoxyde de phosphore indique le départ de traces de matières organiques volatiles du produit soumis à l'essai. Cet indice sert de "sonnette d'alarme". Avec certains produits altérés, si la coloration devient assez importante, il convient de diminuer la température de chauffage.

Renouveler le pentoxyde de phosphore dès qu'il se prend en masse en surface.

## 8. PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

Le procès-verbal d'essai doit indiquer la méthode utilisée et le résultat obtenu. Il doit, en outre, mentionner tous les détails opératoires non prévus dans la présente Recommandation ISO ou facultatifs, ainsi que les incidents éventuels susceptibles d'avoir agi sur le résultat.

Le procès-verbal d'essai doit donner tous les renseignements nécessaires à l'identification complète de l'échantillon.

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

ISO/R 711:1968

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/00691034-c9d4-4b8d-8184-cb84ea5c9918/iso-r-711-1968>

ANNEXE A

A.1 Vase à prélèvement

Le vase à prélèvement schématisé ci-dessous a une surface plane du fond utile de  $16 \text{ cm}^2$ , et une hauteur intérieure de 14 mm. Il peut être utilisé avec le tube à dessiccation indiqué à la Figure 2.

*Dimensions en millimètres*

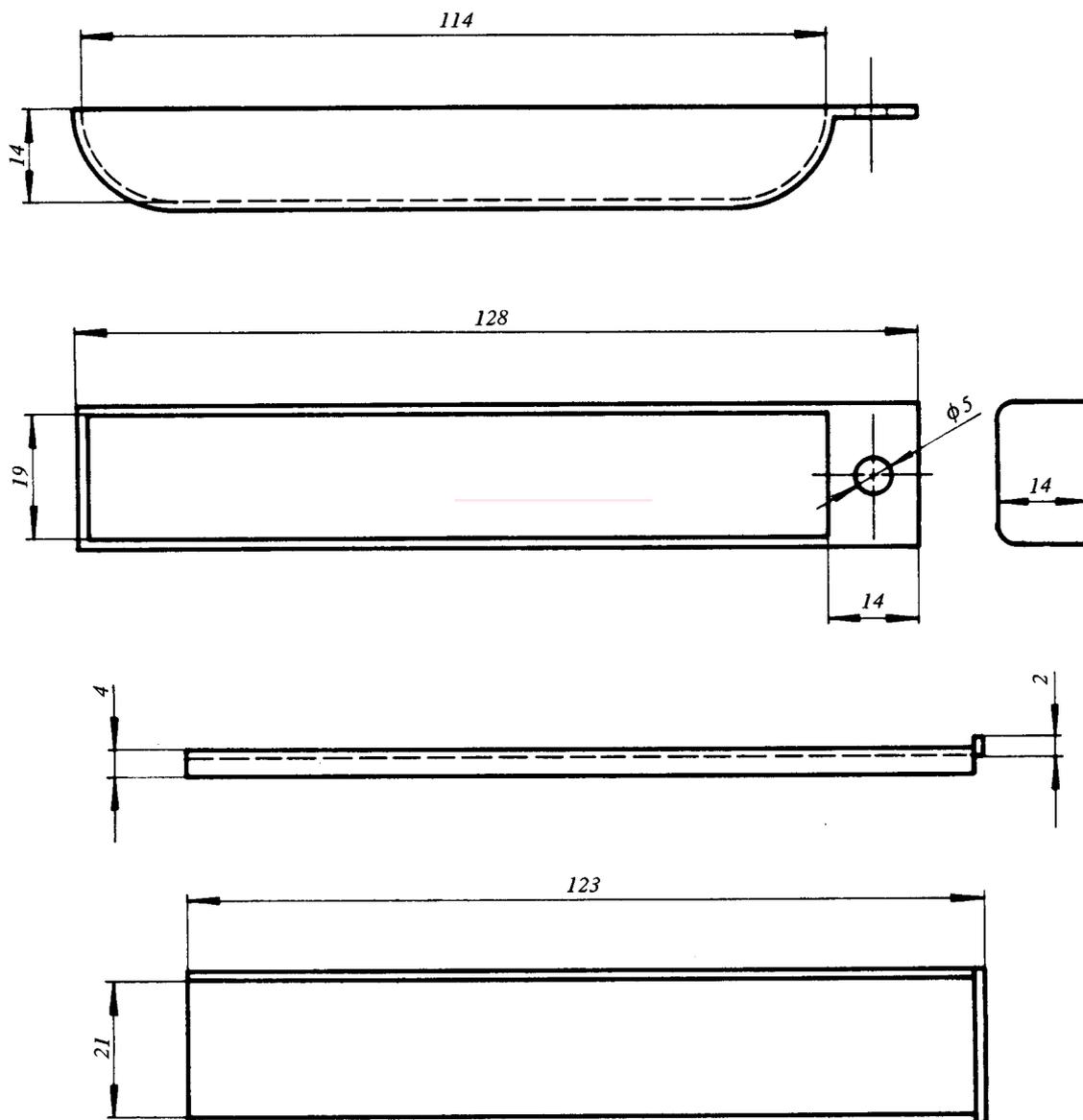


FIG. 1 – Schéma d'un vase à prélèvement (seulement à titre indicatif)

A.2 Tube à dessiccation

Le tube à dessiccation schématisé ci-dessous présente un rodage 40/50 (40 mm de diamètre, 50 mm de longueur de la partie rodée). Il permet l'utilisation du vase à prélèvement décrit à la Figure 1. L'olive suivant le robinet peut être remplacée par un rodage.

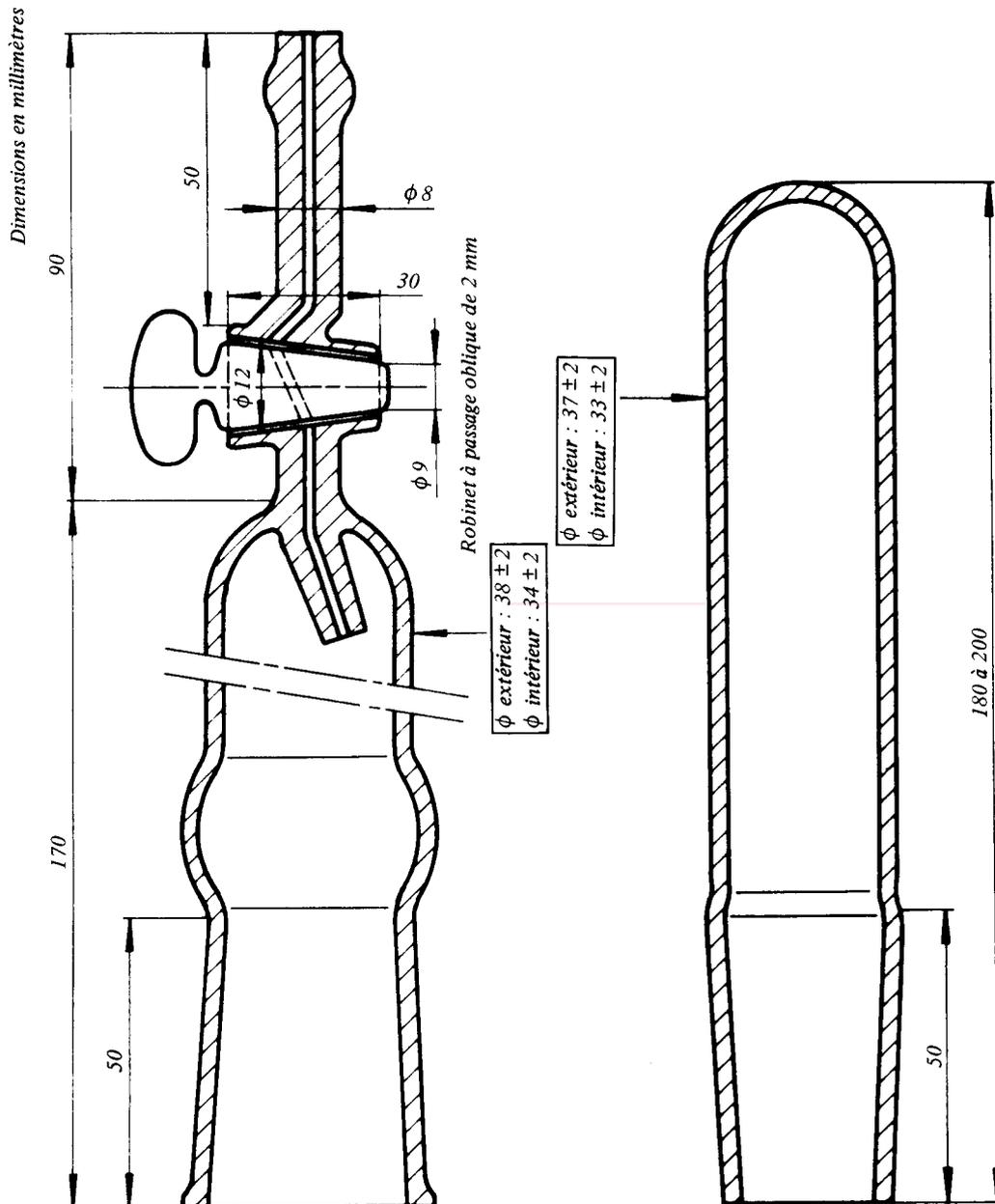


FIG. 2 - Schéma d'un tube à dessiccation (seulement à titre indicatif)