

ISO

34

ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

**RECOMMANDATION ISO
R 712**

CÉRÉALES ET PRODUITS CÉRÉALIERS

DOSAGE DE L'EAU

(Méthode pratique)

1^{ère} 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 712, *Céréales et produits céréaliers – Dosage de l'eau (Méthode pratique)*, 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 1963 et aboutirent, en 1965, à l'adoption d'un Projet de Recommandation ISO.

En mars 1966, ce Projet de Recommandation ISO (N° 909) 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	Israël	Tchécoslovaquie
Bulgarie	Norvège	U.R.S.S.
Chili	Nouvelle-Zélande	Yougoslavie
Colombie	Pays-Bas	
Finlande	Pologne	

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

Irlande

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 pratique)

1. OBJET

1.1 La présente Recommandation ISO décrit la méthode pratique pour le dosage de l'eau dans les céréales et produits céréaliers*.

1.2 **Domaine d'application**

Cette méthode est applicable en particulier au blé, au riz (paddy décortiqué) et à l'orge, à l'état de grains, grains broyés, semoule et farine.

Les résultats ne sont pas considérés comme satisfaisants si l'on applique la méthode à l'orge de brasserie.

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 pour cent de la masse de l'échantillon initial, subie par le produit dans les conditions spécifiées dans la présente Recommandation ISO.

3. PRINCIPE

Détermination de la perte de masse de la prise d'essai par séchage à une température de 130 à 133 °C, dans des conditions bien déterminées qui permettent d'obtenir un résultat concordant avec celui obtenu par la méthode de référence fondamentale (Recommandation ISO/R 711, *Céréales et produits céréaliers – Dosage de l'eau (Méthode de référence fondamentale)*).

4. APPAREILLAGE

4.1 *Balance analytique*

* La présente Recommandation ISO ne peut pas se substituer aux méthodes prescrites par des associations commerciales reconnues, dans les contrats passés par elles.

4.2 *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.

4.3 *Vase en métal* non attaquable, ou à défaut en verre, 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 centimètre carré.

4.4 *Étuve isotherme*, à chauffage électrique, réglée de telle façon que la température de l'air et des plateaux porte-échantillons, au voisinage des échantillons, soit comprise entre 130 et 133 °C en régime normal.

L'étuve doit avoir une capacité calorifique telle que, réglée préalablement à une température de 131 °C, elle puisse atteindre à nouveau cette température, moins de 45 minutes (de préférence moins de 30 minutes) après la mise en place du nombre maximal de prises d'essai pouvant sécher simultanément.

L'efficacité de la ventilation est déterminée à l'aide de semoule de blé *durum*, avant 1 mm de dimension maximale des particules, comme matériau d'essai. La ventilation doit être telle qu'en séchant simultanément, à une température de 130 à 130 °C, toutes les prises d'essai que l'étuve peut contenir, les résultats après des périodes de chauffage de 2 heures et de 3 heures ne présentent pas entre eux d'écart supérieur à 0,15 g d'eau par 100 g d'échantillon.

4.5 *Dessiccateur*, à plaque en métal ou à défaut en porcelaine, épaisse, perforée, contenant du pentoxyde de phosphore (P_2O_5) pur pour analyse, du sulfate de calcium anhydre ($CaSO_4$) granulé et imprégné d'un révélateur au chlorure de cobalt, ou tout autre déshydratant efficace.

5. MODE OPÉRATOIRE

Faire les pesées à $\pm 0,0001$ g près.

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 SANS 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 des grains dont la teneur en eau est comprise entre 7 et 17 %.

Régler le broyeur (4.2) 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 une masse d'échantillon légèrement supérieure à celle prévue pour l'essai, cette dernière devant être d'au moins 5 g.

Verser la mouture obtenue dans le vase d'essai (4.3) 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 inférieure à 2 minutes, dans le cas des petits broyeurs classiques à cônes ou à percussion.

5.1.2.2 BROYAGE AVEC 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 avant 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 en eau entre 7 et 17 % (de préférence 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 % (de préférence entre 9 et 15 %). Peser une quantité d'échantillon (M_0) légèrement supérieure à celle prévue pour l'essai, et opérer selon les prescriptions du paragraphe 5.3, excepté que le séjour à l'étuve (4.4) est de 7 à 10 minutes, et que le refroidissement du produit à la température du laboratoire se fait dans le vase découvert, sans dessiccateur, durant 2 heures au minimum.

Peser à nouveau l'échantillon après le conditionnement (M_1), et le broyer immédiatement dans le broyeur (4.2) préalablement réglé. Verser la mouture dans le vase d'essai (4.3). Peser à nouveau (M_2) en s'assurant qu'il ne s'écoule pas plus de 2 minutes entre les deux pesées (M_1 et M_2). 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 au moins 5 g de substance dans le vase (4.3), taré après séjour dans l'étuve (4.4) et refroidissement au dessiccateur (4.5) jusqu'à la température du laboratoire,
- fermer le vase (4.3) et le peser.

5.2.2 Dans le cas de produits nécessitant un broyage (voir paragraphe 5.1.2), utiliser comme prise d'essai la mouture se trouvant dans le vase (4.3) fermé et pesé (voir paragraphes 5.1.2.1 et 5.1.2.2).

5.3 Détermination

Placer le vase (4.3) ouvert, contenant la prise d'essai, à l'étuve (4.4) pendant 2 heures (90 minutes dans le cas des farines), temps compté à partir du moment où la température de l'étuve a atteint à nouveau 130 °C.

Après cette durée, en opérant rapidement, retirer le vase de l'étuve, le couvrir et le placer dans le dessiccateur (4.5); ne jamais superposer les vases dans ce dernier.

Dès que le vase est refroidi à la température du laboratoire (généralement entre 30 et 45 minutes après la mise en place dans le dessiccateur), le peser.

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*

$$(M_0 - M_3) \times \frac{100}{M_0}$$

- *avec conditionnement préalable*

$$\left[(M_2 - M_3) \times \frac{M_1}{M_2} + M_0 - M_1 \right] \times \frac{100}{M_0} = 100 \left(1 - \frac{M_1 \times M_2}{M_0 \times M_2} \right)$$

où

M_0 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 les conditions de répétabilité sont remplies.

Arrondir le résultat à 0,05 g près d'eau pour 100 g d'échantillon.

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.

6.3 Remarque

Par rapport à ceux de la méthode de référence fondamentale, les résultats diffèrent en général de moins de 0,15 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 Ne jamais placer ensemble dans l'étuve des produits humides et des échantillons secs, cela ayant pour conséquence de réhydrater partiellement ces derniers.

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'essais doit donner tous les renseignements nécessaires à l'identification complète de l'échantillon.