
Norme internationale



5511

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION • МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ • ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

**Graines oléagineuses — Détermination de la teneur en
huile — Méthode par spectrométrie de résonance
magnétique nucléaire à basse résolution**

Oilseeds — Determination of oil content — Low resolution nuclear magnetic resonance spectrometric method

Première édition — 1984-09-01

CDU 633.85 : 543.422.25 : 547.915

Réf. n° : ISO 5511-1984 (F)

Descripteurs : produit agricole, oléagineux, essai, dosage, huile.

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 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.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes internationales par le Conseil de l'ISO. Les Normes internationales sont approuvées conformément aux procédures de l'ISO qui requièrent l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 5511 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits agricoles alimentaires*.

Graines oléagineuses — Détermination de la teneur en huile — Méthode par spectrométrie de résonance magnétique nucléaire à basse résolution

0 Introduction

La détermination de la teneur en huile des graines oléagineuses fait l'objet d'une méthode de référence spécifiée dans l'ISO 659.

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode rapide de détermination de la teneur en huile des graines oléagineuses.¹⁾

Elle ne s'applique pas, dans les conditions usuelles d'emploi, aux graines oléagineuses ne donnant pas une huile entièrement liquide à 20 °C (karité, palmiste, illipé, cacao, etc.).

2 Références

ISO 659, *Graines oléagineuses — Détermination de l'extrait à l'hexane (ou à l'éther de pétrole), dit «teneur en huile».*

ISO 665, *Graines oléagineuses — Détermination de la teneur en eau et matières volatiles.*

ISO 771, *Tourteaux de graines oléagineuses — Détermination de la teneur en eau et en matières volatiles.*

3 Définition

teneur en huile: La totalité des substances organiques liquides à la température de mesure (en principe 20 °C), contenues dans les graines oléagineuses et déterminées par la méthode spécifiée dans la présente Norme internationale.

4 Principe

Détermination par résonance magnétique nucléaire à basse résolution (RMN) de la teneur en composés liquides contenant de l'hydrogène présents dans les graines oléagineuses préalablement séchées à 103 ± 2 °C et en tenant compte de la réponse du solide (tourteau).

5 Produits

5.1 Huile brute, provenant de graines de la même espèce botanique, d'origine géographique et de composition chimique analogues à celles des graines à analyser, extraite dans le laboratoire effectuant l'analyse, selon la technique décrite dans l'ISO 659, depuis moins de 1 mois.

Conserver l'huile dans des conditions la préservant de l'oxydation.

5.2 Tourteaux, provenant de graines de la même espèce botanique, d'origine géographique et de composition chimique analogues à celles des graines à analyser, qui ont été déshuilées dans le laboratoire effectuant l'analyse, selon la technique décrite dans l'ISO 659, depuis moins de 1 mois.

Sécher les tourteaux à 103 ± 2 °C selon la technique décrite dans l'ISO 771.

6 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et notamment

6.1 Appareillage nécessité par la méthode de séchage (voir ISO 665).

6.2 Spectromètre de RMN à basse résolution et à onde continue.

NOTE — L'emploi d'un spectromètre de RMN à basse résolution et à pulsation est admis à la condition que celui-ci soit en mesure d'opérer sur une prise d'essai de 10 g au moins.

6.3 Tubes de mesure, de préférence munis d'un bouchon, adaptés à l'emploi avec le spectromètre de RMN (6.2) et de capacité la plus grande possible, fabriqués en un matériau non conducteur, non magnétique, et ne contenant pas d'hydrogène [par exemple verre, polytétrafluoroéthylène (PTFE)].

6.4 Dessiccateur.

1) La présente méthode a été expérimentée avec succès sur les graines suivantes : colza, soja, tournesol et arachide.

7 Mode opératoire

7.1 Prise d'essai

Peser, à 0,01 g près, la quantité nécessaire de graines permettant de remplir la partie utile du tube de mesure (6.3), qui doit être d'au moins 20 g.

NOTE — Certains appareils ne permettent cependant pas d'utiliser 20 g avec certaines espèces de graines, ce qui implique une moins bonne représentativité de la prise d'essai.

7.2 Séchage

La présence de fragments de métaux ferreux fausse les résultats; ceux-ci doivent donc être éliminés à l'aide d'un aimant.

Sécher la prise d'essai et déterminer sa teneur en eau en suivant la technique décrite dans l'ISO 665.

Placer le dessiccateur contenant les graines séchées à proximité immédiate du spectromètre de RMN dans une pièce dont la température (en général voisine de 20 °C) n'est pas exposée à de brusques variations et l'y laisser pendant plusieurs heures (au moins 3 h) avant de procéder à la détermination, pour que les graines et l'appareil soient à la même température.

NOTES

- 1 Utiliser, si possible, une pièce à température contrôlée.
- 2 L'effet de la variation de température sur les résultats obtenus est très important : la réponse de l'huile décroît de 0,3 % environ par degré Celsius. En conséquence, toutes les opérations d'étalonnage de l'appareil et de mesurage doivent être effectuées rigoureusement à la même température. Il est recommandé, si l'on dispose de l'appareillage nécessaire, de thermostatier la partie « utile » de l'appareil et de placer les graines, avant la mesure, dans des blocs métalliques calorifugés à la température de mesurage. À défaut, procéder à un étalonnage simplifié de l'appareil toutes les 30 min.

7.3 Étalonnage de l'appareil

Procéder au réglage du spectromètre de RMN (6.2) selon les instructions du constructeur, puis au réglage du zéro après avoir introduit dans le champ magnétique un tube de mesure (6.3) vide.

Dans quatre tubes de mesure identiques à celui utilisé pour le réglage (c'est-à-dire donnant également une lecture de zéro lorsqu'ils sont introduits vides dans le champ magnétique) peser, à 0,01 g près, 5, 10, 20 et 30 g, si l'appareil le permet, de l'huile brute (5.1), en prenant soin qu'aucune gouttelette d'huile n'adhère aux parois du tube au-dessus de sa partie utile.

Mesurer la réponse de l'appareil pour les quatre tubes, soit R_5 , R_{10} , R_{20} et R_{30} , les valeurs moyennes de cinq lectures faites sur l'intégrateur, pour chacun des quatre tubes, pendant le temps d'intégration donnant la meilleure répétabilité de mesure, en utilisant un niveau d'énergie de radiofréquence suffisant pour obtenir un signal satisfaisant par rapport au bruit de fond mais n'entraînant pas plus d'approximativement 1 % de saturation. Le choix correct du niveau de saturation peut être

effectué par l'opérateur si la corrélation entre l'énergie de radiofréquence et la saturation est connue. Sinon, le réglage correct du niveau de saturation peut être obtenu auprès du fabricant de l'appareil. Mentionner le nom et le type de l'appareil utilisé et tous les réglages effectués dans le procès-verbal d'essai.

Construire la droite représentant les valeurs de R en fonction de la masse d'huile introduite dans les tubes. Cette droite doit passer par l'origine. S'il n'en est pas ainsi, contacter le fabricant pour procéder au réglage de l'appareil ou le faire soi-même si l'appareil le permet.

Contrôler régulièrement l'étalonnage de l'appareil (si possible une fois par jour). Si l'appareil et les échantillons ne sont pas thermostatés, procéder au contrôle de la variation de la pente de la droite d'étalonnage par une mesure de la réponse de l'échantillon de 20 ou 30 g toutes les 30 min.

7.4 Mesure

Dans un tube de mesure (6.3) identique à celui ayant servi au réglage, transvaser quantitativement et rapidement les graines séchées préparées selon 7.2. Fermer, si possible, le tube pour éviter une absorption d'humidité.

Sans modifier le réglage de l'appareil, mesurer la réponse de celui-ci. Soit R la valeur moyenne de cette réponse pour cinq lectures faites sur l'intégrateur en utilisant le temps d'intégration préalablement choisi.

7.5 Correction pour le tourteau

Dans un tube de mesure (6.3) identique à celui ayant servi au réglage, peser exactement la quantité (masse m'_0) d'un tourteau déshuilé et déshydraté (voir 5.2) nécessaire pour remplir la partie utile, et conserver à la température de la pièce.

Sans modifier le réglage de l'appareil, mesurer la réponse de celui-ci et prendre comme résultat la valeur moyenne de cette réponse pour cinq lectures faites sur l'intégrateur en utilisant le temps d'intégration préalablement choisi.

Procéder à nouveau à cette opération sur la même masse (m'_0) successivement avec 5 à 10 échantillons différents de tourteaux (5.2), et prendre T comme valeur moyenne des réponses obtenues. Cette valeur ne doit être déterminée que tous les mois environ.

NOTE — À titre indicatif, pour les graines de colza, diverses données collectées ont montré que, sans correction, la présente méthode donne des résultats supérieurs à la méthode de référence spécifiée dans l'ISO 659 d'environ 0,30 g d'huile pour 100 g d'échantillon, en moyenne.

7.6 Nombre de déterminations

Effectuer deux déterminations sur des prises d'essai provenant du même échantillon pour essai.

8 Expression des résultats

8.1 Mode de calcul et formules

8.1.1 La teneur apparente en huile dans les graines, h , exprimée en pourcentage en masse, est égale à

$$\frac{R \times m_x \times 100}{R_x \times m_0}$$

où

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai avant séchage (7.1);

m_x est la masse, en grammes, de l'échantillon correspondant à environ x g d'huile brute (20 ou 30 g);

R est la réponse de l'appareil pour la prise d'essai, déterminée en 7.4;

R_x est la réponse de l'appareil pour x g d'huile brute, déterminée en 7.3 (R_{20} ou R_{30}).

8.1.2 La réponse du tourteau, t , conventionnellement exprimée en pourcentage en masse, est égale à

$$\frac{T \times m_x \times 100}{R_x \times m'_0}$$

où

m'_0 est la masse, en grammes, des tourteaux déshuilés et déshydratés utilisés en 7.5;

T est la valeur moyenne des réponses de l'appareil pour les m'_0 grammes de tourteaux déshuilés et déshydratés, déterminée en 7.5;

m_x et R_x ont la même signification qu'en 8.1.1.

8.1.3 La teneur en huile des graines, exprimée en pourcentage en masse, est égale à

$$\frac{h - t(1 - 0,01H)}{1 - 0,01t}$$

où

H est la teneur en eau, exprimée en pourcentage en masse, des graines déterminée selon l'ISO 665;

h et t sont les valeurs calculées en 8.1.1 et 8.1.2, respectivement.

NOTE — Pour une espèce de graine donnée, la réponse du tourteau est généralement indépendante des échantillons. Par exemple, dans le cas du colza (voir la note de 7.5), la teneur en huile des graines est égale approximativement à

$$h - 0,30$$

8.2 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 dépasser 0,6 g d'huile pour 100 g d'échantillon.

9 Procès-verbal d'essai

Le procès-verbal d'essai doit indiquer la méthode utilisée, les résultats obtenus, le nom et le type du spectromètre de RMN utilisé et éventuellement tous les réglages effectués. Il doit, en outre, mentionner tous les détails opératoires non prévus dans la présente Norme internationale, ou facultatifs, ainsi que les incidents éventuels susceptibles d'avoir agi sur les résultats.

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 5511:1984

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b039780e-b596-447d-869c-bddce7c0f059/iso-5511-1984>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 5511:1984

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b039780e-b596-447d-869c-bddce7c0f059/iso-5511-1984>