

NORME
INTERNATIONALE

ISO
5511

Deuxième édition
1992-07-01

**Graines oléagineuses — Détermination de la
teneur en huile — Méthode par spectrométrie
de résonance magnétique nucléaire à basse
résolution et à onde continue (Méthode rapide)**

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

*Oilseeds — Determination of oil content — Method using
continuous-wave low-resolution nuclear magnetic resonance
spectrometry (Rapid method)*

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sis/4e5dc14-710b-48e0-b36d-c2aea76006a1/iso-5511-1992>



Numéro de référence
ISO 5511:1992(F)

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 (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert 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*, sous-comité SC 2, *Graines et fruits oléagineux*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 5511:1984), dont elle constitue une révision technique.

L'annexe A de la présente Norme internationale est donnée uniquement à titre d'information.

Graines oléagineuses — Détermination de la teneur en huile — Méthode par spectrométrie de résonance magnétique nucléaire à basse résolution et à onde continue (Méthode rapide)

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode rapide de détermination de la teneur en huile des graines oléagineuses, par spectrométrie de résonance magnétique nucléaire à basse résolution et à onde continue.

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.).

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

NOTE 1 La détermination de la teneur en huile des graines oléagineuses fait l'objet d'une méthode de référence spécifiée dans l'ISO 659.

2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 659:1988, *Graines oléagineuses — Détermination de l'extrait à l'hexane (ou à l'éther de pétrole), dit «teneur en huile».*

ISO 664:1990, *Graines oléagineuses — Réduction de l'échantillon pour laboratoire en échantillon pour essai.*

ISO 665:1977, *Graines oléagineuses — Détermination de la teneur en eau et matières volatiles.*

ISO 771:1977, *Tourteaux de graines oléagineuses — Détermination de la teneur en eau et en matières volatiles.*

3 Définitions

Pour les besoins de la présente Norme internationale, les définitions suivantes s'appliquent.

3.1 teneur en huile: Fraction massique des substances organiques liquides à la température de mesurage (en principe 20 °C), des graines oléagineuses et déterminées par la méthode spécifiée dans la présente Norme internationale.

La teneur en huile est exprimée en pourcentage en masse.

3.2 résultat d'essai: Résultat obtenu en effectuant une fois, une méthode d'essai spécifiée, conformément au mode opératoire prescrit.

3.3 conditions de répétabilité: Conditions où les résultats d'essai indépendants entre eux sont obtenus avec la même méthode sur un matériau identique soumis à l'essai effectué dans le même laboratoire par le même opérateur utilisant le même équipement, dans un court intervalle de temps. [ISO 5725:1986, 3.1.7]

4 Principe

Détermination, par spectrométrie de résonance magnétique nucléaire à basse résolution et à onde

continue (RMN), de la teneur en composés liquides contenant de l'hydrogène présents dans les graines oléagineuses préalablement séchées à $103 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ et en tenant compte de la réponse du solide (tourteau).

5 Produits

5.1 Échantillon d'huile pour calibration, 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 et de l'humidité.

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.

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.

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, garni d'un déshydratant efficace.

7 Échantillonnage

Il est essentiel que l'échantillon réceptionné par le laboratoire soit réellement représentatif et non endommagé ou modifié durant le transport et l'entreposage. L'échantillonnage ne fait pas partie de la méthode spécifiée dans la présente Norme internationale. Une méthode d'échantillonnage recommandée est donnée dans l'ISO 542.

8 Préparation de l'échantillon pour essai

Préparer l'échantillon pour essai conformément à l'ISO 664. Éliminer ensuite les particules métalliques ferreuses à l'aide d'un aimant.

NOTE 2 Les particules métalliques ferreuses faussent les résultats.

9 Mode opératoire

IMPORTANT — 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). Toutes les opérations d'étalonnage de l'appareil de mesure 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 mesure. À défaut, procéder à un étalonnage simplifié de l'appareil toutes les 30 min.

9.1 Répétabilité

S'il doit être établi que les conditions de répétabilité sont remplies (voir article 11), deux déterminations, chacune d'entre elles incluant les deux déterminations intermédiaires (9.6), doivent être effectuées dans les conditions de répétabilité (voir 3.3).

9.2 Étalonnage de l'appareil

9.2.1 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.

9.2.2 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 g, 10 g, 20 g et, si l'appareil le permet, 30 g de l'huile pour calibration (5.1), en prenant soin qu'aucune gouttelette d'huile n'adhère aux parois du tube au-dessus de sa partie utile.

9.2.3 Mesurer la réponse de l'appareil pour les quatre tubes, soit \bar{R}_5 , \bar{R}_{10} , \bar{R}_{20} et \bar{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 de 1 % environ 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 doit être obtenu auprès du fabricant de l'appareil.

9.2.4 Construire la droite représentant les valeurs de \bar{R}_x 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.

9.2.5 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 g ou 30 g toutes les 30 min.

9.3 Prise d'essai

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

NOTE 3 La partie utile correspond à la hauteur du tube comprise dans l'entrefer de l'aimant (soit environ 20 g de graines), par contre, certains appareils ne permettent pas d'utiliser 20 g avec certaines espèces de graines. Si l'on utilise moins de 20 g de graines, la prise d'essai est moins représentative et, dans ce cas, il faudrait augmenter le nombre de mesures.

9.4 Séchage

Sécher la prise d'essai et déterminer sa teneur en eau conformément à l'ISO 665.

Placer le dessiccateur (6.4) contenant les graines séchées à proximité immédiate du spectromètre de RMN (6.2) 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 au moins 3 h avant de procéder à la détermination, pour que les graines et l'appareil soient à la même température.

NOTE 4 Utiliser, si possible, une pièce à température contrôlée.

9.5 Mesurage

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

Sans modifier le réglage de l'appareil, mesurer la réponse pour le tube. Soit \bar{R} la valeur moyenne de cette réponse pour cinq lectures faites sur l'intégrateur en utilisant le temps d'intégration préalablement choisi.

9.6 Correction pour le tourteau

9.6.1 Dans un tube de mesure (6.3) identique à celui ayant servi à l'étalonnage, peser à 0,01 g près la quantité (masse m_t) d'un tourteau déshuilé et déshydraté (5.2) nécessaire pour remplir la partie utile. Conserver le tube à la température de la pièce.

NOTE 5 Juste avant l'emploi, sécher les tourteaux à $103 \text{ °C} \pm 2 \text{ °C}$ selon la technique décrite dans l'ISO 771, et les placer dans le dessiccateur (6.4).

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

9.6.3 Procéder à nouveau à cette opération sur une même masse m_t successivement avec 5 à 10 échantillons différents de tourteaux préalablement séchés (9.6.1). Prendre \bar{T} comme valeur moyenne des réponses moyennes obtenues. Cette valeur ne doit être déterminée que tous les mois environ.

NOTE 6 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 % (m/m) en moyenne.

9.7 Nombre de déterminations

Effectuer au minimum deux déterminations sur des prises d'essai provenant du même échantillon pour essai, en particulier si l'échantillon est hétérogène.

10 Expression des résultats

10.1 Calculer la teneur apparente en huile de graines à l'aide de la formule

$$w_a = \frac{\bar{R} \times m_x \times 100 \%}{\bar{R}_x \times m_0}$$

où

w_a est la teneur apparente en huile, exprimée en pourcentage en masse, des graines;

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai avant séchage (9.3);

m_x est la masse, en grammes, d'huile brute, correspondant à la réponse \bar{R}_x obtenue de la droite d'étalonnage de l'appareil (9.2);

\bar{R} est la valeur moyenne de la réponse de l'appareil pour la prise d'essai, déterminée en 9.5;

\bar{R}_x est la réponse de l'appareil correspondant à la masse m_x d'huile brute obtenue de la droite d'étalonnage de l'appareil (9.2).

10.2 Calculer le facteur de réponse du tourteau à l'aide de la formule

$$w_r = \frac{\bar{T} \times m_x \times 100 \%}{\bar{R}_x \times m_r}$$

où

w_r est le facteur de réponse, exprimé en pourcentage en masse, du tourteau;

m_r est la masse, en grammes, des tourteaux déshuilés et déshydratés utilisés en 9.5;

\bar{T} est la valeur moyenne des réponses de l'appareil pour la masse m_{res} de tourteaux déshuilés et déshydratés, déterminée en 9.6;

m_x et \bar{R}_x ont la même signification qu'en 10.1.

10.3 Calculer la teneur en huile des graines à l'aide de la formule

$$w = \frac{(w_a - w_r)[1 - (w_H/100)] \%}{1 - (w_r/100)}$$

où

w est la teneur en huile des graines, exprimée en pourcentage en masse;

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

w_a et w_r ont la même signification qu'en 10.1 et 10.2 respectivement.

Prendre comme résultat la moyenne arithmétique des résultats des deux déterminations (9.7), à condition que leur différence ne soit pas supérieure à 0,4 % (m/m). Si leur différence est supérieure à 0,4 % (m/m), éliminer les résultats des deux déterminations et répéter le mode opératoire (article 9).

Exprimer les résultats à 0,1 % (m/m) près.

NOTE 7 Pour une espèce de graine donnée, la réponse du tourteau est généralement indépendante des échantillons. Par exemple, dans le cas du colza (voir note 6 en 9.6), la teneur en huile des graines est égale approximativement à

$$w = w_a - 0,30 \% (m/m)$$

11 Répétabilité

La différence entre deux résultats d'essais (voir 3.2) obtenus dans des conditions de répétabilité (voir 3.3) ne doit pas être supérieure à 0,6 % (m/m).

Rejeter ces deux résultats si leur différence absolue est supérieure à 0,6 % (m/m), et réaliser deux nouvelles déterminations (à chaque fois, conformément aux articles 9 et 10).

12 Rapport d'essai

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

Annexe A
(informative)

Bibliographie

- [1] ISO 542:1990, *Graines oléagineuses — Échantillonnage*.
- [2] ISO 5725:1986, *Fidélité des méthodes d'essai — Détermination de la répétabilité et de la reproductibilité d'une méthode d'essai normalisée par essais interlaboratoires*.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 5511:1992](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f4e5dc14-710b-48e0-b36d-c2aea76006a1/iso-5511-1992)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f4e5dc14-710b-48e0-b36d-c2aea76006a1/iso-5511-1992>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 5511:1992](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f4e5dc14-710b-48e0-b36d-c2aea76006a1/iso-5511-1992)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f4e5dc14-710b-48e0-b36d-c2aea76006a1/iso-5511-1992>

CDU 633.85:543.422.25:547.915

Descripteurs: produit agricole, oléagineux, analyse chimique, dosage, huile, méthode par résonance magnétique nucléaire, méthode spectrométrique.

Prix basé sur 5 pages
