
Norme internationale



6541

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

Produits agricoles alimentaires — Détermination de l'indice d'insoluble dit «cellulosique» — Méthode de Scharrer modifiée

Agricultural food products — Determination of crude fibre content — Modified Scharrer method

Première édition — 1981-06-01

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 6541:1981](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5065f9f7-c195-4e28-b0dd-1c781a9fc1d1/iso-6541-1981)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5065f9f7-c195-4e28-b0dd-1c781a9fc1d1/iso-6541-1981>

CDU 664 : 543.868

Réf. n° : ISO 6541-1981 (F)

Descripteurs : produit agricole, produit alimentaire, produit céréalier, essai, détermination, indice, insoluble.

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 correspondant. 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.

La Norme internationale ISO 6541 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits agricoles alimentaires*, et a été soumise aux comités membres en septembre 1979.

STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée : [ISO 6541:1981](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/506519f7-c195-4e28-b0dd-1c781a100000/iso-6541-1981)

Afrique du Sud, Rép. d'	Éthiopie	https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/506519f7-c195-4e28-b0dd-1c781a100000/iso-6541-1981
Allemagne, R.F.	France	Pologne
Autriche	Hongrie	Portugal
Bésil	Inde	Roumanie
Bulgarie	Israël	Royaume-Uni
Canada	Jamahiriya arabe libyenne	Tchécoslovaquie
Chypre	Malaisie	Thaïlande
Corée, Rép. de	Mexique	Turquie
Égypte, Rép. arabe d'	Nouvelle-Zélande	URSS
Espagne	Pays-Bas	Yougoslavie

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

Cette Norme internationale a également été approuvée par l'Union internationale de chimie pure et appliquée (UICPA).

NOTE — La présente Norme internationale est basée sur la norme n° 113 de l'Association internationale de chimie céréalière (ICC).

Produits agricoles alimentaires — Détermination de l'indice d'insoluble dit «cellulosique» — Méthode de Scharrer modifiée

1 Objet

La présente Norme internationale spécifie une méthode conventionnelle de détermination de l'indice d'insoluble dit «cellulosique» dans les produits agricoles alimentaires.

2 Domaine d'application

La méthode est applicable aux céréales et produits céréaliers, ainsi qu'à certains produits renfermant moins de 1 % d'insoluble cellulosique, tels que les levures, qui sont exclus du domaine d'application de l'ISO 5498.

3 Référence

ISO 5498, *Produits agricoles alimentaires — Détermination de l'indice d'insoluble dit «cellulosique» — Méthode générale.*

4 Définition

indice d'insoluble dit «cellulosique» (cellulose brute) : Conventionnellement, totalité des substances insolubles et combustibles dans les conditions opératoires décrites dans la présente Norme internationale.

L'indice d'insoluble cellulosique s'exprime en pourcentage en masse, rapporté soit au produit tel quel, soit à la matière sèche du produit.

NOTE — En raison des incertitudes qui existent dans la définition de ce qu'il est convenu d'appeler «cellulose brute», le terme «indice d'insoluble dit cellulosique» a été jugé préférable dans la langue française.

5 Principe

Après broyage et dégraissage éventuels, traitement à l'ébullition, par un mélange formé d'acide acétique, d'acide nitrique, et d'acide trichloracétique (réactif de Scharrer). Séparation et lavage du résidu insoluble sur creuset filtrant.

Dessiccation et pesée du résidu insoluble, et détermination de sa perte de masse par incinération.

6 Réactifs et produits

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique reconnue, et l'eau utilisée doit être de l'eau distillée ou de l'eau de pureté au moins équivalente.

6.1 Réactif de Scharrer, consistant en un mélange ayant la composition suivante :

- | | |
|--|--------|
| — acide acétique, solution préparée à partir de 730 g d'acide acétique cristallisable à 96 % (m/m) en complétant à 1 000 g avec de l'eau | 900 ml |
| — acide nitrique, concentré, $\rho_{20} = 1,38$ g/ml | 60 ml |
| — acide trichloracétique, cristallisé | 24 g |

6.2 Acétone.

6.3 Oxyde diéthylique.

6.4 Sable de mer, préparé de la façon suivante.

Procéder au tamisage du sable, successivement avec des tamis à toile métallique de 160 μm et 125 μm d'ouvertures de mailles, conformes à l'ISO 3310/1.

Chauffer la fraction de sable retenue par le tamis de 125 μm d'ouverture de maille, dans une solution d'acide chlorhydrique à 4 mol/l à l'ébullition et maintenir celle-ci durant 30 min. Rincer le sable avec de l'eau jusqu'à ce que l'eau de rinçage soit exempte de chlorures, ce qui est indiqué par l'absence de réaction avec une solution de nitrate d'argent, et le calciner dans le four à moufle (7.9) réglé à 550 ± 25 °C, jusqu'à masse constante (cette opération demande en général au moins 6 h).

6.5 Régularisateur d'ébullition : débris de porcelaine.

7 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et notamment :

7.1 Broyeur mécanique, facile à nettoyer, correspondant à la nature du produit et permettant le broyage de celui-ci sans provoquer d'échauffement notable ni de modification sensible de la teneur en eau.

7.2 Tamis, à toile métallique de 1 mm d'ouverture de maille, conforme aux spécifications de l'ISO 3310/1.

7.3 Récipient d'attaque à large ouverture, muni d'un dispositif de condensation, par exemple fiole conique, de 200 à 300 ml de capacité, avec réfrigérant à reflux.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6541:1981
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sis/50651967-4195-4e28-b0dd-1c781a9fc1d1/iso-6541-1981>

7.4 **Fiole à filtrer.**

7.5 **Trompe à eau.**

7.6 **Creuset filtrant**, en silice, à plaque de silice frittée de porosité P 100 (diamètre moyen des pores compris entre 40 et 100 μm), préparé comme indiqué en 11.1.

7.7 **Dessiccateur**, de diamètre inférieur à 25 cm, garni d'un agent déshydratant efficace.

7.8 **Étuve**, réglable à 130 ± 2 °C.

7.9 **Four à moufle**, réglable à 550 ± 25 °C.

7.10 **Balance analytique.**

8 Échantillonnage

Se reporter à la Norme internationale d'échantillonnage propre au produit concerné.

9 Mode opératoire

9.1 Préparation de l'échantillon pour essai

9.1.1 Séchage préalable

Dans le cas de produits trop humides pour être homogénéisés ou broyés tels quels, soumettre l'échantillon à un séchage préalable à une température appropriée. Dans ce cas, peser l'échantillon avant le séchage préalable et le repeser juste avant la préparation de l'échantillon pour essai (9.1.2 ou 9.1.3).

9.1.2 Produits ne nécessitant pas de broyage

9.1.2.1 Les produits qui passent à 95 % à travers le tamis (7.2) n'ont pas besoin d'être broyés avant la détermination.

Bien homogénéiser avant d'effectuer la prise d'essai.

9.1.2.2 Si les résultats sont à exprimer par rapport à la matière sèche, déterminer au préalable, selon la méthode appropriée, la teneur en matière sèche de l'échantillon pour essai (9.1.2.1).

9.1.3 Produits nécessitant un broyage

Les produits qui ne passent pas à 95 % à travers le tamis (7.2) doivent être broyés.

9.1.3.1 Si les résultats sont à exprimer par rapport au produit tel quel, déterminer au préalable, selon la méthode appropriée, la teneur en matière sèche de l'échantillon.

9.1.3.2 Broyer l'échantillon pour laboratoire dans le broyeur (7.1) de manière que le produit passe au moins à 95 % à travers le tamis (7.2).

NOTE — Un tel degré de mouture n'est pas nécessaire pour les produits contenant des parties riches en substances cellulosiques, tels que les grains vêtus ou les enveloppes de grains.

9.1.3.3 Déterminer, selon la méthode appropriée, la teneur en matière sèche de l'échantillon pour essai (9.1.3.2).

9.2 Prise d'essai

Peser, à 1 mg près, une masse de l'échantillon pour essai préparé comme indiqué en 9.1, correspondant à 0,05 à 0,15 g d'insoluble cellulósique [c'est-à-dire de 1 à 3 g pour un indice d'insoluble dit «cellulosique» de 5 % (m/m)].

Pour les produits de faible indice d'insoluble dit «cellulosique» et, en particulier, ceux ayant un indice inférieur à 1 % (m/m), prélever une prise d'essai de 3 g.

9.3 Détermination

NOTE — Les produits riches en matières grasses peuvent nécessiter un dégraissage préalable (les méthodes de dégraissage sont décrites dans l'annexe A de l'ISO 5498). Cette opération est donc inutile pour les céréales et produits céréaliers et pour les levures.

9.3.1 Attaque

Transvaser la prise d'essai dans le récipient d'attaque (7.3) et la mettre en suspension dans environ un tiers du volume du réactif de Scharrer (6.1) à utiliser. En général, on utilise un volume total, en millilitres, du réactif de Scharrer numériquement égal à 20 fois la masse, en grammes, de la prise d'essai (en aucun cas ce volume ne doit être inférieur à 40 ml).

Au moyen d'une baguette en verre, qui doit rester dans le récipient d'attaque, détruire éventuellement les gros grumeaux qui ont pu se former.

Rincer soigneusement la paroi intérieure du récipient d'attaque avec les deux autres tiers du réactif afin qu'aucune particule de produit n'y adhère. Adapter le dispositif de condensation. Porter à l'ébullition le contenu du récipient en $3 \pm 0,5$ min, et maintenir celle-ci durant 30 ± 1 min (voir 11.2). N'effectuer aucune agitation en cours d'ébullition.

9.3.2 Séparation et lavage du résidu

Après le temps d'ébullition prescrit, faire passer la solution bouillante sur le creuset filtrant (7.6) préparé comme indiqué en 11.1, en opérant par aspiration continue sous pression réduite au moyen de la fiole à filtrer (7.4) et de la trompe à eau (7.5).

Faire passer quantitativement le résidu insoluble sur le creuset filtrant, en rinçant le récipient d'attaque et la baguette en verre avec de l'eau chaude (température comprise entre 95 et 100 °C), par fractions de 50 à 70 ml, au moyen d'une baguette en verre munie d'un embout en caoutchouc. Répéter le rinçage jusqu'à ce que le filtrat soit sensiblement neutre au papier de tournesol, ce qui nécessite en général entre 300 et 400 ml d'eau.

Après rinçage, débrancher la trompe à eau, vider immédiatement la fiole à filtrer et remplir le creuset filtrant trois fois avec

iTeh STANDARD PREVIEW
(standard not for sale)
ISO 6541-1981
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sis/506197/c19-d498-0000-1c781a9fc1d1/iso-6541-1981>

de l'acétone (6.2) en laissant chaque fois le solvant s'égoutter par gravité. Si cette opération est trop longue, aspirer légèrement de façon à obtenir une vitesse de passage ne dépassant pas une goutte à la seconde.

Procéder ensuite à deux rinçages avec de l'oxyde diéthylique (6.3) que l'on élimine par aspiration sous pression réduite à l'aide de la fiole à filtrer et de la trompe à eau.

9.3.3 Séchage

Sécher le creuset filtrant et son contenu dans l'étuve (7.8) réglée à 130 ± 2 °C.

Laisser refroidir le creuset et son contenu dans le dessiccateur (7.7) jusqu'à la température ambiante, et peser rapidement à 0,5 mg près.

Recommencer ces opérations jusqu'à ce que la différence entre deux pesées successives, séparées par un séjour à l'étuve suivi d'un refroidissement dans le dessiccateur, ne dépasse pas 1 mg.

NOTE — Une durée de séchage de 1 h est généralement suffisante.

9.3.4 Incinération

Après séchage, incinérer le résidu sec dans le four à moufle (7.9) réglé à 550 ± 25 °C, durant 30 min.

Mettre le creuset sur une plaque réfractaire, puis le laisser refroidir dans le dessiccateur (7.7) jusqu'à la température ambiante. Peser rapidement à 0,5 mg près.

9.3.5 Nombre de déterminations

Effectuer au moins deux déterminations sur le même échantillon pour essai.

10 Expression des résultats

10.1 Mode de calcul et formules

10.1.1 Indice d'insoluble cellulosique rapporté au produit tel quel

L'indice d'insoluble cellulosique, exprimé en pourcentage en masse, rapporté au produit tel quel, est donné par les formules

a) pour les produits ne nécessitant pas de broyage

$$(m_1 - m_2) \times \frac{100}{m_0}$$

b) pour les produits nécessitant un broyage

$$(m_1 - m_2) \times \frac{100}{m_0} \times \frac{100}{M'_S} \times \frac{M_S}{100}$$

où

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai (9.2);

m_1 est la masse, en grammes, du résidu sec et de son support, après le séchage (9.3.3);

m_2 est la masse totale, en grammes, du résidu sec et de son support, après l'incinération (9.3.4);

M_S est la teneur en matière sèche, exprimée en pourcentage en masse, du produit tel quel, déterminée comme indiqué en 9.1.3.1;

M'_S est la teneur en matière sèche, exprimée en pourcentage en masse, de l'échantillon pour essai, déterminée comme indiqué en 9.1.2.2 ou 9.1.3.3.

10.1.2 Indice d'insoluble cellulosique rapporté à la matière sèche du produit

L'indice d'insoluble cellulosique, exprimé en pourcentage en masse, rapporté à la matière sèche du produit, est donné par la formule

$$(m_1 - m_2) \times \frac{100}{m_0} \times \frac{100}{M'_S}$$

où m_0 , m_1 , m_2 et M'_S ont les mêmes significations qu'en 10.1.1.

10.1.3 Cas du séchage préalable

Si l'on a effectué un séchage préalable (9.1.1), l'indice d'insoluble cellulosique, exprimé en pourcentage en masse, rapporté au produit tel quel, est obtenu en multipliant le résultat calculé comme indiqué en 10.1.1 par le rapport

$$\frac{m_5}{m_4}$$

où

m_4 est la masse, en grammes, de l'échantillon initial humide, avant le séchage préalable;

m_5 est la masse, en grammes, du même échantillon, après le séchage préalable.

10.1.4 Résultat

Prendre comme résultat la moyenne arithmétique des deux déterminations (9.3.5) si les conditions de répétabilité (voir 10.2) sont remplies.

10.2 Répétabilité

La différence entre les résultats des deux déterminations (9.3.5), effectuées simultanément ou rapidement l'une après l'autre par le même analyste, ne doit pas dépasser

0,1 (en valeur absolue) pour un indice d'insoluble cellulosique inférieur à 2 % (m/m);

5 % (en valeur relative) pour un indice d'insoluble cellulosique supérieur à 2 % (m/m).

11 Notes sur le mode opératoire

11.1 Préparation des creusets filtrants

11.1.1 Avant leur première utilisation, nettoyer soigneusement les creusets filtrants (7.6), puis les chauffer dans le four à moufle (7.9) réglé à 550 ± 25 °C, durant 6 h.

11.1.2 Disposer au préalable, sur la plaque du creuset, 5 à 6 g de sable de mer (6.4). Sur la surface aplanie, ajouter 4 à 5 g de débris de porcelaine (6.5) qui sont également arasés. Sur ces deux couches, disposer une plaque perforée en porcelaine en l'appliquant avec une légère pression. Ce remplissage peut servir à nouveau sans nettoyage ou traitement préalable, mais on doit veiller à ce que les couches restent dans leur disposition initiale.

11.2 Précautions

Au cours de l'attaque (9.3.1), le chauffage doit être effectué avec précaution pour éviter les surchauffes et une ébullition brusque. La mousse qui se forme dans le récipient ne doit en aucun cas dépasser une hauteur de 10 mm. La régulation est obtenue en agissant sur l'intensité du chauffage.

12 Procès-verbal d'essai

Le procès-verbal d'essai doit indiquer la méthode utilisée et les résultats obtenus (notamment si ceux-ci sont exprimés par rapport au produit tel quel ou à la matière sèche). 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 6541:1981](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5065f9f7-c195-4e28-b0dd-1c781a9fc1d1/iso-6541-1981)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5065f9f7-c195-4e28-b0dd-1c781a9fc1d1/iso-6541-1981>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6541:1981

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5065f9f7-c195-4e28-b0dd-1c781a9fc1d1/iso-6541-1981>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6541:1981

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5065f9f7-c195-4e28-b0dd-1c781a9fc1d1/iso-6541-1981>