
Norme internationale



7302

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

Céréales et produits céréaliers — Détermination de la teneur en matières grasses totales

Cereals and cereal products — Determination of total fat content

Première édition — 1982-11-15

iteh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 7302:1982](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/37b2e952-1ffd-405f-b9cd-e8a285e50332/iso-7302-1982)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/37b2e952-1ffd-405f-b9cd-e8a285e50332/iso-7302-1982>

CDU 633.1 : 543.851.2

Réf. n° : ISO 7302-1982 (F)

Descripteurs : produit agricole, produit céréalier, essai, dosage, corps gras.

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 7302 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits agricoles alimentaires*, et a été soumise aux comités membres en juin 1981.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

Afrique du Sud, Rép. d'	France	Philippines
Allemagne, R.F.	Hongrie	Pologne
Australie	Inde	Portugal
Autriche	Iran	Roumanie
Brésil	Iraq	Royaume-Uni
Bulgarie	Irlande	Sri Lanka
Canada	Israël	Tanzanie
Chili	Italie	Tchécoslovaquie
Corée, Rép. de	Kenya	Thaïlande
Égypte, Rép., arabe d'	Malaisie	Turquie
Espagne	Nouvelle-Zélande	Yougoslavie
Éthiopie	Pays-Bas	

[ISO 7302:1982](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/37b2e952-1ffd-405f-b9cd-e8a285c50332/iso-7302-1982)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/37b2e952-1ffd-405f-b9cd-e8a285c50332/iso-7302-1982>

Le comité membre du pays suivant l'a désapprouvée pour des raisons techniques :

USA

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

Céréales et produits céréaliers — Détermination de la teneur en matières grasses totales

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination de la teneur en matières grasses totales dans les céréales et produits céréaliers destinés à l'alimentation humaine, y compris les produits de cuisson et les pâtes alimentaires.

2 Références

ISO 712, *Céréales et produits céréaliers — Détermination de la teneur en eau (Méthode de référence pratique)*.

ISO 950, *Céréales — Échantillonnage (des grains)*.

ISO 2170, *Céréales et légumineuses — Échantillonnage des produits de mouture*.

ISO 6540, *Maïs — Détermination de la teneur en eau (sur grains broyés et sur grains entiers)*.

3 Définition

teneur en matières grasses totales : Totalité des substances extraites par l'hexane dans les conditions opératoires spécifiées dans la présente Norme internationale, et exprimée en pourcentage en masse du produit tel quel.

4 Principe

Après broyage éventuel, hydrolyse d'une prise d'essai par l'acide chlorhydrique en présence d'éthanol et d'acide formique, libérant ainsi les lipides liés aux protéines et aux glucides et produisant, au sein même des particules, du formiate d'éthyle qui est un solvant des lipides. Extraction par l'hexane des matières grasses dans un flacon de type particulier, élimination du solvant et pesée du résidu ainsi obtenu.

5 Réactifs

Les réactifs utilisés 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.

5.1 *n*-Hexane, de point d'ébullition compris entre 68 et 70 °C, dont le résidu à l'évaporation doit être inférieur à 0,001 g pour 100 ml, ou, à défaut, *n*-hexane, de point d'ébullition compris entre 67 et 70 °C, dont le résidu à l'évaporation doit être inférieur à 0,002 g pour 100 ml (en tenir compte éventuellement dans le calcul des résultats).

5.2 Éthanol, 95 % (V/V).

5.3 Acide formique, 99 % (V/V).

5.4 Acide chlorhydrique, solution.

Mélanger 7 volumes d'acide chlorhydrique concentré, $\rho_{20} = 1,19$ g/ml, avec 3 volumes d'eau.

5.5 Azote.

6 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et notamment

6.1 Broyeur mécanique.

6.2 Tamis, de 500 μm d'ouverture de maille.

6.3 Bain d'eau thermostatique, réglable à 75 ± 1 °C.

6.4 Balance analytique.

6.5 Appareil à distillation, de préférence évaporateur rotatif sous pression réduite.

6.6 Agitateur magnétique, équipé d'un barreau aimanté enrobé de PTFE, d'environ 0,9 cm de diamètre et 4,5 cm de longueur.

6.7 Flacon d'hydrolyse et d'extraction, à col rodé, muni d'un tube latéral de capacité suffisante pour retenir la phase aqueuse et une petite partie de la phase hexanique, de dimensions et de forme proches de celui de la figure. Le flacon de la figure, qui a une capacité de 317 ml et une capacité du tube latéral de 51 ml, convient.

6.8 Réfrigérant à reflux, adaptable au flacon (6.7) (rodage 29/32).

6.9 Ballon à fond rond, de 250 ml de capacité, adaptable à l'appareil à distillation (6.5).

7 Échantillonnage

Voir ISO 950 ou ISO 2170, selon le cas.

8 Mode opératoire

8.1 Préparation de l'échantillon pour essai

Broyer l'échantillon pour laboratoire, si nécessaire, dans le broyeur mécanique (6.1) préalablement bien nettoyé, afin de le réduire en particules dont 95 % passent à travers le tamis (6.2). Bien homogénéiser avant d'effectuer la prise d'essai.

8.2 Préparation du ballon

Sécher le ballon (6.9) à l'étuve et le laisser refroidir dans l'atmosphère du laboratoire jusqu'à température ambiante. Peser ensuite à 0,1 mg près.

8.3 Prise d'essai

Peser à 0,01 g près, environ 8 g de l'échantillon pour essai (8.1) et les introduire dans le flacon d'hydrolyse et d'extraction (6.7) contenant le barreau aimanté de l'agitateur magnétique (6.6).

8.4 Hydrolyse

Étaler la prise d'essai dans le fond du flacon. Ajouter 10 ml d'éthanol (5.2), placer le flacon sur l'agitateur magnétique (6.6) et le mettre en marche de manière à obtenir une pâte la plus homogène possible.

Ajouter 8 ml d'acide formique (5.3) et 12 ml de solution d'acide chlorhydrique (5.4), puis poursuivre l'agitation pour homogénéiser (voir chapitre 10).

Adapter le réfrigérant à reflux (6.8) et placer le flacon dans le bain d'eau thermostatique (6.3) réglé à 75 ± 1 °C pendant 20 min. Retirer le réfrigérant à reflux, refroidir le flacon et le placer à nouveau sur l'agitateur magnétique.

8.5 Extraction

Introduire dans le flacon 18 ml d'éthanol (5.2) et 50 ml d'hexane (5.1), puis agiter le mélange pendant 5 min à la vitesse maximale de rotation du barreau aimanté, sans risque de projection à l'extérieur. Laisser décanter jusqu'à séparation complète des deux phases.

Chauffer éventuellement le flacon pendant 20 s avec le bain d'eau (6.3) réglé à 75 ± 1 °C pour accélérer la séparation, puis laisser refroidir (voir chapitre 10). Verser la phase hexanique dans le ballon préparé (8.2), la phase aqueuse restant dans le tube latéral du flacon. Rincer le col du flacon avec quelques gouttes d'hexane.

Introduire 30 ml d'hexane dans le flacon, agiter le mélange pendant 5 min comme ci-dessus et laisser décanter à nouveau, puis verser la phase hexanique dans le ballon contenant la première extraction. Répéter encore l'extraction deux fois en utilisant des fractions de 30 ml d'hexane.

8.6 Élimination du solvant et pesée du résidu

Éliminer le solvant contenu dans le ballon, de préférence sous pression réduite, à l'aide de l'appareil à distillation (6.5).

Immédiatement après évaporation, faire passer dans le ballon un courant d'azote (5.5) pendant 10 min. Essuyer soigneusement l'extérieur du ballon, puis le laisser refroidir dans l'atmosphère du laboratoire jusqu'à température ambiante et le peser à 0,1 mg près.

9 Expression des résultats

9.1 Mode de calcul et formule

La teneur en matières grasses totales, exprimée en pourcentage en masse du produit tel quel, est égale à

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

où

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai (8.3);

m_1 est la masse, en grammes, du ballon (8.2);

m_2 est la masse, en grammes, du ballon et du résidu (8.6).

Exprimer les résultats à 0,01 % près.

NOTE — La teneur en matières grasses totales peut être rapportée à la matière sèche et calculée selon la formule

$$S \times \frac{100}{100 - H}$$

où

S est la teneur en matières grasses totales, exprimée en pourcentage en masse du produit tel quel (calculée d'après la formule précédente);

H est la teneur en eau du produit, exprimée en pourcentage en masse, déterminée selon la méthode spécifiée dans l'ISO 712 ou dans l'ISO 6540.

9.2 Fidélité

Une analyse circulaire organisée sur le plan international par l'Association internationale de chimie céréalière (ICC) avec la participation de 16 laboratoires, chacun d'eux ayant effectué 5 répétitions, a donné les résultats statistiques (déterminés selon l'ISO 5725¹⁾ indiqués dans le tableau.

NOTE — Les résultats sont exprimés en pourcentage en masse du produit tel quel.

1) ISO 5725, *Fidélité des méthodes d'essai — Détermination de la répétabilité et de la reproductibilité par essais interlaboratoires.*

Tableau

Échantillon	Farine de blé tendre	Semoule de blé dur	Farine de seigle	Mouture intégrale de blé tendre	Pain de farine de blé tendre	Pain de farine de blé tendre enrichie en lipides
Nombre de laboratoires retenus après élimination des aberrants	12	14	14	14	14	13
Moyenne	1,65	1,74	1,81	2,61	1,74	4,76
Écart-type de répétabilité (s_r)	0,02	0,03	0,05	0,04	0,03	0,04
Coefficient de variation de répétabilité	1,4 %	1,7 %	2,5 %	1,6 %	1,9 %	0,8 %
Répétabilité ($2,83 s_r$)	0,06	0,08	0,13	0,12	0,09	0,11
Écart-type de reproductibilité (s_R)	0,11	0,10	0,12	0,13	0,12	0,21
Coefficient de variation de reproductibilité	6,4 %	5,8 %	6,6 %	5,1 %	6,6 %	4,4 %
Reproductibilité ($2,83 s_R$)	0,30	0,28	0,34	0,38	0,33	0,59

10 Note sur le mode opératoire

Si la dispersion du produit dans les réactifs avant hydrolyse (8.4) est impossible, ou si la décantation des phases après extraction à l'hexane (8.5) est difficile, il est conseillé d'effectuer le dosage sur des prises d'essai inférieures à 8 g tout en conservant la même quantité de réactifs.

11 Procès-verbal d'essai

Le procès-verbal d'essai doit indiquer la méthode utilisée et les résultats obtenus. 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.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/37b2e952-1ff1-405fb9cd-e8a285e50332/iso-7302-1982>

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

Dimensions en millimètres

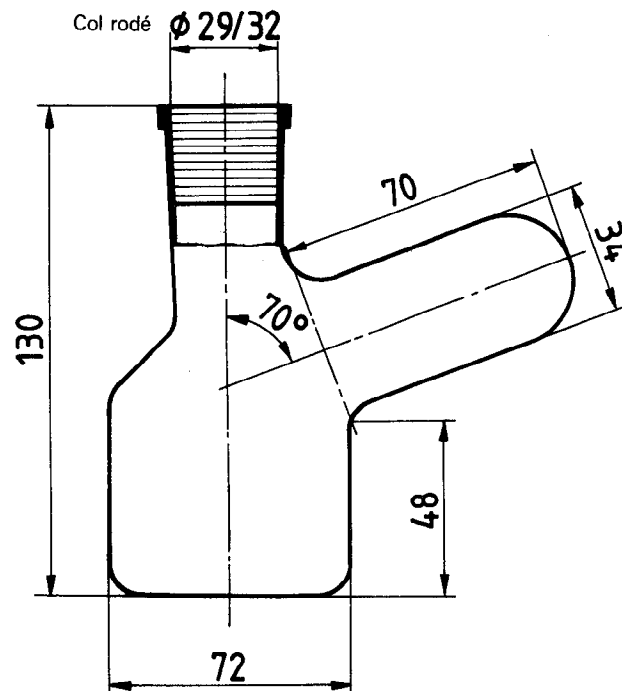


Figure — Flacon d'hydrolyse et d'extraction (à titre indicatif)

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 7302:1982

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/37b2e952-1ffd-405f-b9cd-e8a285e50332/iso-7302-1982>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 7302:1982

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/37b2e952-1ffd-405f-b9cd-e8a285e50332/iso-7302-1982>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 7302:1982

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/37b2e952-1ffd-405f-b9cd-e8a285e50332/iso-7302-1982>