

NORME INTERNATIONALE

ISO
8892

Première édition
1987-06-01



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

Tourteaux de graines oléagineuses — Dosage de l'hexane résiduaire total

Oilseed residues — Determination of total residual hexane

ITEH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 8892:1987

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/74ab672c-6920-4855-924d-9af0740fcd42/iso-8892-1987>

Numéro de référence
ISO 8892 : 1987 (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 normalement 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 8892 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits agricoles alimentaires*.

[ISO 8892:1987](#)

L'attention des utilisateurs est attirée sur le fait que toutes les Normes internationales sont de temps en temps soumises à révision et que toute référence faite à une autre Norme internationale dans le présent document implique qu'il s'agit, sauf indication contraire, de la dernière édition.

Tourteaux de graines oléagineuses — Dosage de l'hexane résiduaire total

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de dosage de la totalité des hydrocarbures volatils, globalement désignés sous l'appellation d'hexane, restant dans les tourteaux de graines oléagineuses après extraction par des solvants à base d'hydrocarbures.

2 Référence

ISO 5500, *Tourteaux de graines oléagineuses — Échantillonnage*.

3 Principe

Désorption de l'hexane par chauffage à 110 °C, après ajout d'eau dans un espace clos et dosage de celui-ci dans l'espace de tête par chromatographie en phase gazeuse sur colonne remplie ou capillaire. Expression des résultats en *n*-hexane.

4 Réactifs et produits

4.1 *n*-hexane technique ou éther de pétrole, de composition analogue à celui utilisé dans l'extraction industrielle des graines oléagineuses ou, à défaut, *n*-hexane.

4.2 Gaz vecteur : hydrogène ou azote, hélium, etc., sec et contenant moins de 10 mg/kg d'oxygène.

4.3 Gaz auxiliaires :

- Hydrogène, pureté 99,9 %, ne contenant pas d'impuretés organiques.
- Air, ne contenant pas d'impuretés organiques.

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et notamment

5.1 Chromatographe en phase gazeuse, avec détecteur à ionisation de flamme et intégrateur et/ou enregistreur, équipé d'une colonne capillaire de verre d'environ 30 m de long et 0,3 mm de diamètre, imprégnée de méthylpolysiloxanes¹⁾ (épaisseur de film 0,2 µm) ou, à défaut, d'une colonne remplie

d'au moins 1,7 m de long et de 2 à 4 mm de diamètre intérieur, garnie de terre de diatomée lavée aux acides, de granulométrie 150 à 180 µm²⁾, imprégnée de méthylpolysiloxanes¹⁾.

Si l'on utilise une colonne capillaire, l'appareil doit être équipé d'un diviseur d'entrée de rapport 1/100.

5.2 Étuve électrique, réglable à 110 °C.

5.3 Seringue à gaz, graduée, de 1 ml, de préférence avec vanne.

5.4 Flacons de type pénicilline, de 50 à 60 ml de capacité, ayant tous le même volume à 2 % près.

5.5 Septums, inertes à l'hexane, d'environ 3 mm d'épaisseur, en matériau tel que caoutchouc nitrile (par exemple Perbunan), ou caoutchouc butyl avec semelle en PTFE ou polychloroprène (par exemple Néoprène).

NOTE 1 S'assurer que les septums utilisés garantissent une parfaite étanchéité des flacons après sertissage.

5.6 Capsules de sertissage métalliques, par exemple, en aluminium.

5.7 Pince à sertir.

5.8 Seringue à liquide, de 10 µl de capacité.

6 Échantillonnage et conservation de l'échantillon

Voir ISO 5500. Il est essentiel de prévenir toute perte d'hexane.

L'échantillon pour laboratoire doit remplir un récipient totalement hermétique (de préférence, boîte métallique sertie) et doit être conservé jusqu'à l'analyse à une température inférieure ou égale à -20 °C (par exemple, au congélateur). Les récipients en plastique ne doivent pas être utilisés.

La détermination de l'hexane résiduaire doit être effectuée dès l'ouverture du récipient qui aura été, au préalable, ramené à la température ambiante.

1) Le SE 30 convient.

2) Le Chromosorb WAW convient.

7 Mode opératoire

7.1 Prise d'essai

Peser, à 0,1 g près, 5 g d'échantillon pour laboratoire dans un flacon (5.4). Ajouter 2,5 ml d'eau distillée, fermer le flacon à l'aide d'un septum (5.5) et le sertir avec une capsule de sertissage (5.6) à l'aide de la pince (5.7).

Toutes ces opérations doivent être effectuées rapidement.

7.2 Désorption de l'hexane

Mettre le flacon à l'étuve (5.2) réglée à 110 °C pendant 90 min.

Au bout de ce temps, sortir le flacon de l'étuve, le laisser refroidir pendant 2 min puis l'agiter par retournement.

NOTE — Il est important de laisser les flacons le même temps à l'étuve pour chaque échantillon.

7.3 Analyse de l'espace de tête par chromatographie en phase gazeuse

NOTE — Les septums ont souvent une très grande résistance mécanique; en conséquence, si l'on estime que ceux-ci peuvent détériorer l'aiguille de la seringue, effectuer une perforation avec une épingle avant de procéder au prélèvement de l'espace de tête. La réutilisation des septums est à déconseiller.

7.3.1 Réglage de l'appareil

Température de l'injecteur et du détecteur : 120 °C

Température du four : 40 °C.

Pression du gaz vecteur : 0,3 bar (30 kPa)

7.3.2 Essai

Prélever, à l'aide de la seringue à gaz (5.3) préalablement chauffée entre 50 et 60 °C, exactement 0,5 ml de la phase gazeuse et les injecter rapidement dans le chromatographe.

7.3.3 Étalonnage

Trois points, par exemple avec 2, 5 et 10 µl d'hexane, suffisent normalement pour construire la courbe d'étalonnage; ils correspondent à 264, 660 et 1 320 mg/kg d'hexane si la prise d'essai est de 5 g de tourteau.

Réaliser une gamme étalon en utilisant des flacons (5.4) de même capacité que ceux employés pour le dosage. Introduire dans les flacons 6 ml d'eau¹⁾, puis immédiatement, différentes quantités de *n*-hexane (4.1), mesurées avec précision à l'aide de la seringue (5.8). Fermer les flacons à l'aide d'un septum (5.5) et les sertir avec une capsule de sertissage (5.6) à l'aide de la pince (5.7).

Mettre les différents flacons de la courbe d'étalonnage pendant 15 min dans l'étuve à 110 °C. Au bout de ce temps, sortir le flacon de l'étuve, puis le laisser refroidir 2 min. Avec la seringue à gaz portée entre 50 et 60 °C, prélever exactement 0,5 ml de l'espace de tête et les injecter rapidement dans le chromatographe.

7.4 Nombre de déterminations

Effectuer deux déterminations sur le même échantillon pour laboratoire.

8 Expression des résultats

Construire la droite d'étalonnage donnant l'aire du pic de l'hexane en fonction de la masse d'hexane introduite dans le flacon (1 µl correspondant à 660 µg).

Déterminer la somme des aires des pics du *n*-hexane et des différents hydrocarbures qui constituent généralement l'hexane technique (méthyl-2 pentane, méthyl-3 pentane, méthylcyclopentane, cyclohexane, etc.).

NOTE — Si des pics dus à des produits d'oxydation sont présents en quantités significatives, ne pas les inclure, mais les enregistrer séparément.

Lire sur la courbe d'étalonnage la quantité m_1 , en microgrammes d'hexane, présente dans le flacon.

La teneur en hexane résiduaire total du tourteau, exprimée en milligrammes d'hexane par kilogramme, est égale à

$$\frac{m_1}{m_0}$$

où

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

m_1 est la masse, en microgrammes, d'hexane présente dans le flacon.

Prendre comme résultat la moyenne arithmétique des deux déterminations.

9 Fidélité

Deux essais interlaboratoires organisés sur le plan international avec la participation respectivement de 12 laboratoires, chacun d'eux ayant effectué trois déterminations, (n° 1), et de 15 laboratoires, chacun d'eux ayant effectué deux déterminations, (n° 2), ont donné les résultats statistiques (déterminés selon l'ISO 5725) indiqués dans le tableau.

1) 5 g de tourteau hydraté, par 2,5 ml d'eau, occupent en moyenne un volume de 6 ml.

Tableau — Résultats statistiques des essais interlaboratoires

Résultats exprimés en milligrammes d'hexane par kilogramme

Échantillon	Tourteau de soja		Tourteau de tournesol	Tourteau de colza	
	n° 2	n° 1	n° 1	n° 2	n° 1
Essai interlaboratoire					
Nombre de laboratoires retenus après élimination des aberrants	15	11	11	15	10
Moyenne	341	400	450	452	971
Écart-type de répétabilité, s_r	29	19	22	35	39
Coefficient de variation de répétabilité	8,6 %	4,6 %	4,8 %	7,8 %	4,0 %
Répétabilité, $2,83 s_r$	83	52	62	100	111
Écart-type de reproductibilité, s_R	108	83	125	109	289
Coefficient de variation de reproductibilité	32 %*	21 %	28 %	24 %*	30 %
Reproductibilité, $2,83 S_R$	305	235	353	308	817

* Une analyse statistique des résultats de l'essai interlaboratoire n° 2, prenant en compte uniquement les 9 laboratoires ayant participé aux essais interlaboratoires n° 1 et n° 2, a donné un coefficient de variation de reproductibilité de 18 % pour le tourteau de soja et de 20 % pour le tourteau de colza.

10 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.

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

ISO 8892:1987

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/74ab672c-6920-4855-924d-9af0740fcd42/iso-8892-1987>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 8892:1987

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/74ab672c-6920-4855-924d-9af0740fcd42/iso-8892-1987>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 8892:1987

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/74ab672c-6920-4855-924d-9af0740fcd42/iso-8892-1987>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 8892:1987

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/74ab672c-6920-4855-924d-9af0740fcd42/iso-8892-1987>

CDU 633.85 : 543.8 : 547.216

Descripteurs : produit agricole, oléagineux, analyse chimique, dosage, hexane.

Prix basé sur 3 pages
