

NORME
INTERNATIONALE

ISO
9289

Première édition
1991-07-15

**Tourteaux de graines oléagineuses — Dosage
de l'hexane résiduaire libre**

Oilseed residues — Determination of free residual hexane
iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 9289:1991

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e1de8224-45ff-405e-8651-e1d7d1ecc3d9/iso-9289-1991>



Numéro de référence
ISO 9289:1991(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 9289 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits agricoles alimentaires*.

[ISO 9289:1991](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e1de8224-45ff-405e-8651-e1d7d1ecc3d9/iso-9289-1991)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e1de8224-45ff-405e-8651-e1d7d1ecc3d9/iso-9289-1991>

© ISO 1991

Droits de reproduction réservés. Aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

Organisation internationale de normalisation
Case Postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse

Imprimé en Suisse

Introduction

La quantité d'hexane qui peut se désorber rapidement d'un tourteau de graines oléagineuses lorsqu'il est chauffé, n'est pas nécessairement égale à la totalité de l'hexane résiduaire dosé selon l'ISO 8892:1987, *Tourteaux de graines oléagineuses – Dosage de l'hexane résiduaire total*.

«L'hexane résiduaire libre» est la quantité d'hexane désorbé par chauffage direct du tourteau sans humidification préalable de celui-ci.

La différence entre l'hexane résiduaire total et l'hexane résiduaire libre dépend de plusieurs facteurs. Elle est, en général, d'autant plus grande que le tourteau examiné est plus sec.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 9289:1991](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e1de8224-45ff-405e-8651-e1d7d1ecc3d9/iso-9289-1991)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e1de8224-45ff-405e-8651-e1d7d1ecc3d9/iso-9289-1991>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 9289:1991

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e1de8224-45ff-405e-8651-e1d7d1ecc3d9/iso-9289-1991>

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

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode de dosage de l'hexane résiduaire libre dans les tourteaux de graines oléagineuses après extraction par des solvants à base d'hydrocarbures.

2 Référence normative

La norme suivante contient 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, l'édition indiquée était 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 l'édition la plus récente de la norme indiquée ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 5500:1986, *Tourteaux de graines oléagineuses — Échantillonnage*.

3 Définition

Pour les besoins de la présente Norme internationale, la définition suivante s'applique.

hexane résiduaire libre: Fraction 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, qui se désorbe directement par chauffage à 80 °C, sans addition d'eau.

Elle est exprimée en milligrammes de *n*-hexane par kilogramme d'échantillon.

4 Principe

Désorption de l'hexane par chauffage à 80 °C dans un espace clos après ajout d'un étalon interne. Dosage de l'hexane dans l'espace de tête par chromatographie en phase gazeuse sur colonne remplie ou capillaire.

5 Réactifs et produits

Sauf indication contraire, tous les réactifs doivent être de qualité analytique reconnue.

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

NOTE 1 Il est recommandé d'utiliser l'hexane technique pour l'étalonnage. Ce réactif contient généralement plus de 50 % de *n*-hexane et comprend en majorité des isomères en C₆.

5.2 Étalon interne: utiliser 5.2.1 ou 5.2.2.

NOTE 2 Si l'hexane technique utilisé pour l'extraction du tourteau ou l'étalonnage contient des quantités appréciables de cyclohexane, le *n*-heptane devrait être utilisé comme étalon interne.

5.2.1 Cyclohexane.

5.2.2 *n*-Heptane.

5.3 Gaz vecteur, par exemple, hydrogène ou azote, hélium, etc., soigneusement deshydraté et contenant moins de 10 mg/kg d'oxygène.

5.4 Gaz auxiliaires.

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

5.4.2 Air, ne contenant pas d'impuretés organiques.

5.5 Tourteau d'étalonnage, de même origine que l'échantillon à analyser et ayant une faible teneur en hexane. Si la teneur en hexane est trop élevée, la réduire en laissant le tourteau étalé à l'air en une couche mince pendant plusieurs heures.

Les tourteaux du commerce ont généralement une teneur en eau de 12 % (m/m) à 14 % (m/m). En présence d'échantillons ayant une teneur en eau différente, il est nécessaire d'effectuer l'étalonnage avec des tourteaux ayant la même teneur en eau que l'échantillon.

6 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et notamment

6.1 Chromatographe en phase gazeuse, muni d'un détecteur à ionisation de flamme, d'un intégrateur ou d'un enregistreur, équipé soit

- a) d'une colonne remplie en acier d'environ 2 m de long et 3,2 mm de diamètre intérieur, garnie avec un support de terre de diatomées lavées aux acides, de granulométrie comprise entre 150 µm à 180 µm (le Chromosorb P NAW 60/80 mesh¹⁾, imprégnée avec 10 % de squalane ou de méthylpolysiloxanes (le SE 30¹⁾ convient), soit
- b) d'une colonne capillaire en verre d'environ 30 m de longueur et de 0,3 mm de diamètre intérieur, imprégnée de méthylpolysiloxanes (le SE 30¹⁾ convient) ayant une épaisseur de film de 0,2 µm.

L'injecteur et le détecteur doivent être réglés à 120 °C environ et la température du four doit être de 40 °C environ. La pression du gaz vecteur doit être réglée à 0,3 bar (30 kPa) environ.

Si l'on utilise une colonne capillaire, l'appareil doit être équipé d'un système d'injection fractionnée au 1/100.

NOTE 3 Pour des analyses en série, il est recommandé d'utiliser un chromatographe en phase gazeuse avec un système d'injection automatique de l'échantillon, combiné avec le bain chauffant.

6.2 Bain chauffant, équipé d'un panier pour maintenir les flacons (6.4) et permettant une thermorégulation à 80 °C ± 2 °C, en maintenant la température constante à 0,1 °C près.

NOTE 4 En cas d'utilisation en continu, le glycérol est recommandé en tant que liquide de chauffage.

6.3 Seringue à gaz, de 1 ml de capacité.

6.4 Flacons à septums, de 20 ml ± 2 % de capacité.

6.5 Septums, inertes à l'hexane, d'environ 3 mm d'épaisseur, en matériau tel que caoutchouc nitrile (par exemple Perbunan¹⁾), ou caoutchouc butyl avec semelle en polytétrafluoroéthylène ou polychloroprène (par exemple Néoprène¹⁾).

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

NOTE 5 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.

6.6 Capsules de sertissage métalliques, par exemple en aluminium.

6.7 Pince à sertir, pour fermer les flacons à septums.

6.8 Seringues à liquide, de 10 µl de capacité.

7 Échantillonnage et conservation de l'échantillon

L'échantillonnage doit avoir été effectué selon l'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 à 4 °C. Les récipients en plastique ne doivent pas être utilisés.

La détermination de l'hexane résiduaire doit être effectuée dès l'ouverture du récipient.

8 Mode opératoire

8.1 Étalonnage

8.1.1 Peser, à 0,1 g près, 5 g de tourteau d'étalonnage (5.5) dans cinq flacons à septums (6.4). Fermer chaque flacon à l'aide d'un septum (6.5) et les sertir avec une capsule de sertissage (6.6) à l'aide de la pince (6.7).

1) Chromosorb P NAW 60/80, SE 30, Perbunan et Néoprène sont des exemples de produits appropriés disponibles sur le marché. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente Norme internationale et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif des produits ainsi désignés.

8.1.2 Ajouter, à l'aide de la seringue (6.8) à travers les septums, les quantités de solvant (5.1) prescrites dans le tableau 1, à quatre des cinq flacons. Ne pas ajouter d'hexane technique au cinquième flacon.

Tableau 1 — Concentration de solvant dans les échantillons d'étalonnage

Flacon	1	2	3	4
Volume de solvant (5.1) ajouté (µl)	1	2	4	7
Teneur en hexane libre (mg/kg)	134	268	536	938

NOTE 6 Si l'on analyse des échantillons à plus forte teneur en hexane, les volumes de solvant utilisés pour l'étalonnage doivent être augmentés en conséquence.

8.1.3 Laisser reposer les flacons à la température du laboratoire pendant 24 h.

NOTE 7 Avec une période plus courte, il n'est pas certain que l'hexane technique a été totalement absorbé par le tourteau et, de plus, que l'équilibre sorption-désorption de l'hexane technique entre le tourteau et la phase vapeur a été atteint.

8.1.4 Au bout de cette période ajouter, à l'aide d'une seringue (6.8), 5 µl d'étalon interne (5.2.1 ou 5.2.2) dans chacun des cinq flacons à travers le septum.

8.1.5 Toutes les 15 min, placer un flacon dans le bain chauffant (6.2) réglé à 80 °C ± 2 °C. Les flacons doivent être plongés dans le bain chauffant jusqu'au niveau de la capsule de sertissage.

8.1.6 Après avoir chauffé chaque flacon pendant exactement 60 min, prélever, à l'aide de la seringue à gaz (6.3), préalablement chauffée entre 50 °C et 60 °C, exactement 1 ml de la phase gazeuse de l'espace de tête, sans retirer les flacons du bain chauffant, et injecter rapidement la phase gazeuse prélevée dans le chromatographe.

8.1.7 Calculer sur le chromatogramme correspondant au flacon n'ayant pas fait l'objet d'un ajout d'hexane technique, la teneur en hexane, A_c , qui est exprimée en pourcentage des aires totales des pics.

8.1.8 Calculer le facteur d'étalonnage, F , du chromatogramme pour chaque échantillon d'étalonnage enrichi en hexane technique, selon la formule

$$F = \frac{w_h \times A_{is}}{(A_t - A_c - A_{is}) \times w_{is}}$$

où

A_c est la teneur en hexane calculée en 8.1.7;

A_{is} est la teneur, exprimée en pourcentage des aires totales des pics, de l'étalon interne du tourteau d'étalonnage traité;

A_t est la teneur totale en hydrocarbures du tourteau d'étalonnage traité, y compris l'étalon interne, exprimée en pourcentage des aires totales des pics;

NOTES

8 Les hydrocarbures qui constituent généralement l'hexane technique sont le méthyl-2 pentane, le méthyl-3 pentane, le méthylcyclopentane, le cyclohexane, etc. et environ 50 % de *n*-hexane.

9 Ne pas inclure les pics dus à des produits d'oxydation, dont quelques-uns peuvent être présents en quantités significatives.

w_h est la teneur en hexane libre du tourteau d'étalonnage traité (voir tableau 1), exprimée en milligrammes par kilogramme;

w_{is} est la teneur en étalon interne dans l'échantillon d'étalonnage, exprimée en milligrammes par kilogramme, c'est-à-dire 680 pour le *n*-heptane ou 780 pour le cyclohexane.

Calculer la moyenne des facteurs d'étalonnage, \bar{F} , à partir des résultats des quatre échantillons d'étalonnage.

\bar{F} doit être égale à 1,0 ± 0,1.

8.2 Détermination

8.2.1 Peser, à 0,1 g près, 5 g d'échantillon pour laboratoire dans un flacon (6.4). Fermer le flacon à l'aide d'un septum (6.5) et le sertir avec une capsule de sertissage (6.6) à l'aide de la pince (6.7).

Toutes ces opérations doivent être effectuées rapidement.

8.2.2 Injecter 5 µl de l'étalon interne (5.2.1 ou 5.2.2) dans le flacon à travers le septum, à l'aide de la seringue (6.8), puis mettre le flacon dans le bain chauffant (6.2) réglé à 80 °C ± 2 °C pendant exactement 60 min. Les flacons doivent être plongés dans le bain chauffant jusqu'au niveau de la capsule de sertissage.

8.2.3 Prélever, à l'aide de la seringue à gaz (6.3) préalablement chauffée entre 50 °C et 60 °C, exactement 1 ml de la phase gazeuse, sans retirer les flacons du bain chauffant, et injecter rapidement la phase gazeuse prélevée dans le chromatographe.

8.3 Nombre de déterminations

Effectuer deux déterminations sur le même échantillon pour laboratoire.

9 Expression des résultats

La teneur, en hexane résiduel libre, w , en milligrammes par kilogramme, est donnée par la formule:

$$w = \frac{(A'_t - A'_{is}) \times \bar{F} \times w'_{is}}{A'_{is}}$$

où

A'_{is} est la teneur en étalon interne dans l'échantillon, exprimée en pourcentage des aires totales des pics;

A'_t est la teneur totale en hydrocarbures de l'échantillon, y compris l'étalon interne, exprimée en pourcentage des aires totales des pics;

\bar{F} est la moyenne des facteurs d'étalonnage calculée en 8.1.7;

w'_{is} est la teneur en étalon interne dans l'échantillon, exprimée en milligrammes par kilogramme, c'est-à-dire 680 pour le *n*-heptane ou 780 pour cyclohexane.

Prendre comme résultat final la moyenne arithmétique de deux déterminations, à condition que les exigences de répétabilité soient remplies. Si ce n'est pas le cas, ne pas tenir compte des résultats et effectuer deux autres déterminations sur des prises d'essai prélevées sur le même échantillon pour essai.

10 Fidélité

Un essai interlaboratoire organisé sur le plan international avec la participation de 13 laboratoires, chacun d'eux ayant effectué deux déterminations sur chaque échantillon, ont donné les résultats statistiques (déterminés selon l'ISO 5725²⁾) indiqués dans le tableau 2.

11 Rapport d'essai

Le rapport 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 indicents 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.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e1de8224-45ff-405e-8651-e1d7d1ec3d9/iso-9289-1991>

Tableau 2 — Résultats statistiques des essais interlaboratoires

Échantillon	Tourteau de tournesol	Tourteau de colza	
		ayant une teneur en eau de 8,8 % (m/m)	même tourteau réhumidifié, ayant une teneur en eau de 12 % (m/m)
Nombre de laboratoires retenus après élimination des aberrants	12	11	12
Teneur moyenne en hexane résiduaire libre (mg/kg)	178	624	599
Écart-type de répétabilité, s_r (mg/kg)	12	17	33
Coefficient de variation de répétabilité (%)	6,7	2,7	5,5
Répétabilité, 2,83 s_r (mg/kg)	34	48	94
Écart-type de reproductibilité, s_R (mg/kg)	55	129	125
Coefficient de variation de reproductibilité (%)	31	21	21
Reproductibilité, 2,83 s_R (mg/kg)	156	364	353

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.*

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 9289:1991

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e1de8224-45ff-405e-8651-e1d7d1ecc3d9/iso-9289-1991>