

34

NORME
INTERNATIONALE

ISO
10565

Première édition
1993-08-15

**Graines oléagineuses — Détermination
simultanée de la teneur en huile et en
eau — Méthode par spectrométrie par
résonance magnétique nucléaire pulsée**

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)
*Oilseeds — Simultaneous determination of oil and moisture contents —
Method using pulsed nuclear magnetic resonance spectrometry*

[ISO 10565:1993](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/02500791-ba6c-41cc-a918-340889878c14/iso-10565-1993)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/02500791-ba6c-41cc-a918-340889878c14/iso-10565-1993>



Numéro de référence
ISO 10565:1993(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 10565 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits agricoles alimentaires*, sous-comité SC 2, *Graines et fruits oléagineux*.

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

iTeh STANDARD PREVIEW

standards.iteh.ai

ISO 10565:1993

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/02500791-bacc-41cc-a918-340889878c14/iso-10565-1993>

© ISO 1993

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

Graines oléagineuses — Détermination simultanée de la teneur en huile et en eau — Méthode par spectrométrie par résonance magnétique nucléaire pulsée

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode de détermination rapide de la teneur en huile et en eau dans les graines entières du commerce, par spectrométrie par résonance magnétique nucléaire (RMN) pulsée.

La méthode a été expérimentée sur des graines de colza.

Elle s'applique aux graines de colza, dont la teneur en eau est inférieure à 10 %. Pour des graines ayant des teneurs en eau plus élevées, il est nécessaire de les sécher avant de déterminer leur teneur en huile par RMN pulsée.

NOTE 1 La méthode est couramment utilisée sur les graines de soja et de tournesol, ce qui n'exclut pas qu'elle puisse s'appliquer également à d'autres graines oléagineuses du commerce dont l'huile est liquide à la température de mesure.

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*.

3 Principe

Introduction de l'échantillon pour essai dans le champ magnétique du spectromètre RMN. Application d'un champ électromagnétique alternatif sous la forme d'une impulsion intense de radiofréquence, de 90°, qui excite les noyaux de tous les atomes d'hydrogène. Enregistrement de la décroissance du signal d'induction libre (FID: free induction decay) qui suit l'application de l'impulsion de 90°. (L'amplitude maximum de ce signal est proportionnelle au nombre total de protons contenus dans les phases aqueuse et huileuse de l'échantillon.)

Application d'une seconde impulsion de radiofréquence, dite impulsion de 180°, qui entraîne l'émission d'un signal d'écho de spin dans lequel la seule contribution est celle de la phase huileuse.

NOTE 2 L'amplitude maximum du signal d'écho est proportionnelle à la teneur en huile. Elle varie avec la température de l'échantillon, suivant une loi complexe. Un accroissement de température entraîne une diminution du signal d'écho mesuré.

Calcul de la différence entre les deux amplitudes qui est proportionnelle à la teneur en eau.

Conversion automatique des signaux mesurés en pourcentage d'huile et d'eau, après étalonnage convenable de l'instrument.

NOTE 3 Certains spectromètres couplés à un mini-ordinateur et à un logiciel spécifique indiquent simultanément les teneurs en eau et en huile.

4 Échantillons pour étalonnage

Les échantillons pour étalonnage doivent être homogènes et exempts d'impuretés.

4.1 Échantillons pour l'étalonnage de la teneur en eau

Pour obtenir une courbe d'étalonnage sûre, il est recommandé que les teneurs en eau de l'échantillon pour étalonnage soient comprises entre 6 % et 9 % pour le tournesol, colza et 6 % à 12 % pour le soja.

La teneur en eau des graines pouvant varier selon les conditions de stockage, il est nécessaire de la déterminer conformément à l'ISO 665 juste avant l'étalonnage.

4.2 Échantillons pour l'étalonnage de la teneur en huile

Utiliser des échantillons de graines de même espèce et de composition en acides gras semblables (notamment dans le cas d'analyse de graines de colza riches en acide érucique ou de graine de tournesol riche en acide oléique) que les échantillons pour essais. Leurs teneurs en huile sont déterminées par la méthode de référence prescrite dans l'ISO 659.

5 Appareillage

5.1 Spectromètre RMN pulsée basse résolution, permettant le mesurage de la teneur en huile et en eau des graines oléagineuses et possédant les caractéristiques suivantes.

- Fréquence de résonance du proton: environ 10 MHz.
- Production d'impulsions de radiofréquence de 90° et de 180° pour la méthode d'écho de spin.
- Durée d'aimantation ou temps de répétition des impulsions: 1 s.
- Temps d'excitation (e) ou durée d'impulsion:
 - $e = 5 \mu\text{s}$ environ pour l'impulsion de 90°,
 - $e = 10 \mu\text{s}$ environ pour l'impulsion de 180° (soit deux fois plus que pour l'impulsion de 90°).
- Temps mort (t) = 20 μs .
- Temps mort total (T_t), égal à la somme du temps d'excitation (e) et du temps mort (t), où

$$T_t = 25 \mu\text{s} \text{ pour l'impulsion de } 90^\circ,$$

$$T_t = 30 \mu\text{s} \text{ pour l'impulsion de } 180^\circ,$$

$$t = 20 \mu\text{s}.$$

- Échantillonnage du signal RMN:
 - pour le signal FID, 50 μs après l'impulsion de 90°,
 - pour le signal d'écho de spin, 7 000 μs après l'impulsion de 90°.
- Délai entre les impulsions de 90° et de 180°: 3 500 μs .
Délai entre l'impulsion de 180° et le maximum du signal d'écho: 3 500 μs . (Le maximum du signal d'écho représente uniquement la composante huile.)
- Filtre passe bande électronique: bas (10 kHz).
- Réglage du nombre de mesurages RMN par échantillon: 16 à 25 (soit un temps total de mesurage compris entre 16 s et 25 s).
- Mise en mémoire de courbes d'étalonnage (droites, méthode des moindres carrés) pour la détermination des teneurs en eau et en huile des échantillons.
- Homogénéité du champ magnétique permettant un volume d'analyse de 35 ml.
- Système de déclenchement automatique du mesurage après introduction du tube contenant l'échantillon.
- Régulation de la température de l'aimant, pour assurer la stabilité de tous les paramètres RMN.

ATTENTION — Ne laisser aucun objet métallique à proximité du spectromètre RMN.

5.2 Tubes à échantillons, en verre, adaptés à l'instrument RMN utilisé.

5.3 Balance analytique électronique, de précision égale à $\pm 0,01$ g, et de préférence couplée au spectromètre RMN pour permettre l'enregistrement direct dans le spectromètre de la masse de l'échantillon.

5.4 Étuve isotherme, réglée à $103 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$.

5.5 Boîtes, métalliques ou en verre, de 7 cm à 10 cm de diamètre, avec couvercles.

5.6 Dessiccateur, contenant un déshydratant efficace.

6 Échantillonnage

Il est important que le laboratoire reçoive un échantillon qui soit réellement représentatif et qui n'ait pas été modifié pendant le transport ou 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 542.¹⁾

7 Préparation de l'échantillon pour essai

Préparer l'échantillon pour essai conformément à l'ISO 664.

Retirer de l'échantillon pour essai préparé tous les objets métalliques (agrafes, aiguilles, etc.). Les grains entières doivent être homogènes, et autant que possible exemptes d'impuretés.

8 Étalonnage

8.1 Méthode

8.1.1 Utiliser les paramètres de réglage du spectromètre RMN (5.1) recommandés par le constructeur, et les optimiser par des essais préliminaires. Pour les opérations d'étalonnage et de mesurage, suivre les instructions du manuel de l'utilisateur. Veiller soigneusement à effectuer l'ensemble des opérations d'étalonnage et de mesurage dans des conditions homogènes, et notamment à température constante (à ± 2 °C près).

Le nombre minimum d'échantillons nécessaire pour l'étalonnage est de trois, mais il est possible d'en utiliser davantage.

8.1.2 Entrer dans le spectromètre RMN les paramètres (séquences d'impulsions, atténuations, etc.) requis pour le mesurage de la teneur en huile ou en eau, suivant les recommandations du constructeur, et spécifier le numéro de mise en mémoire de la courbe d'étalonnage. Le temps total de mesurage doit être au moins égal à 16 s.

8.1.3 Mettre le spectromètre en mode étalonnage.

8.1.4 Transvaser le premier échantillon pour étalonnage dans un tube à échantillons taré (5.2), jusqu'à la hauteur optimale indiquée par le constructeur, et transmettre au spectromètre RMN la masse de l'échantillon enregistrée par la balance.

NOTE 4 Il est également possible d'entrer manuellement la masse de la prise d'essai dans le spectromètre RMN.

8.1.5 Entrer dans le spectromètre, selon le cas, la teneur en eau (en pourcentage en masse) ou la teneur en huile (en pourcentage en masse) de cet échantillon.

8.1.6 Introduire le tube à échantillons dans la tête de mesure et procéder à la détermination.

8.1.7 Répéter les opérations 8.1.4 à 8.1.6 sur les deux autres échantillons (ou plus) pour étalonnage.

8.1.8 Procéder au calcul manuel ou automatique des paramètres nécessaires à l'établissement de la courbe d'étalonnage.

Le coefficient de corrélation doit normalement être supérieur à 0,95. Si tel n'est pas le cas, utiliser les méthodes de référence spécifiées dans l'ISO 659 et dans l'ISO 665, respectivement, pour vérifier les valeurs obtenues, ou recommencer l'étalonnage en utilisant trois autres échantillons (ou plus) pour étalonnage.

NOTE 5 La courbe d'étalonnage est mise en mémoire, sous le numéro spécifié en 8.1.2.

8.1.9 Terminer la courbe d'étalonnage huile en utilisant un tube vide et en répétant les opérations 8.1.4 à 8.1.6. Cette partie de la méthode n'est pas utilisable pour la courbe d'étalonnage eau.

8.2 Étalonnage pour la détermination de la teneur en eau

8.2.1 Méthode A: Trois échantillons pour étalonnage, de teneurs en eau connues

Pour obtenir une courbe d'étalonnage sûre, il est nécessaire que les teneurs en eau des échantillons pour étalonnage couvrent une gamme la plus large possible. Toutefois, une teneur en eau égale à 0 n'est pas admise.

Suivre la méthode générale prescrite en 8.1.1 à 8.1.8.

8.2.2 Méthode B: Un seul échantillon pour étalonnage, de teneur en eau connue

NOTE 6 Dans cette méthode d'étalonnage, on fait varier la quantité d'eau détectée par le spectromètre RMN en faisant varier la hauteur de remplissage des tubes contenant l'échantillon pour étalonnage.

8.2.2.1 Suivre la méthode générale spécifiée en 8.1.1 à 8.1.3.

1) ISO 542:1990, *Graines oléagineuses — Échantillonnage*.

8.2.2.2 Prendre trois tubes à échantillons tarés (5.2), les remplir de l'échantillon pour étalonnage de teneur en eau connue jusqu'à, respectivement, 35 mm, 30 mm et 25 mm de hauteur environ (hauteur minimale 20 mm), puis peser. Noter les masses correspondantes, en grammes, désignées par m_1 , m_2 et m_3 .

NOTE 7 Il est nécessaire d'établir la courbe d'étalonnage à partir de trois points au moins.

8.2.2.3 Calculer la teneur en eau relative, w , en pourcentage en masse, de chacune des trois prises d'essai de l'échantillon pour étalonnage, d'après les formules suivantes:

$$w_1 = \frac{m_1 \times W}{m_1}$$

$$w_2 = \frac{m_2 \times W}{m_1}$$

$$w_3 = \frac{m_3 \times W}{m_1}$$

où

m_1 , m_2 et m_3 sont les masses, en grammes, des trois prises d'essai de l'échantillon pour étalonnage contenues dans chacun des trois tubes, m_1 représentant la valeur la plus élevée;

W est la teneur en eau en pourcentage en masse, de l'échantillon pour étalonnage, déterminée conformément à l'ISO 665.

8.2.2.4 Introduire dans le spectromètre la valeur, m_1 , de la masse obtenue pour la première prise d'essai.

8.2.2.5 Introduire dans le spectromètre la valeur, w_1 , de la teneur en eau relative de la première prise d'essai.

8.2.2.6 Placer le tube contenant la prise d'essai de l'échantillon pour étalonnage dans la tête de mesure et procéder à la détermination.

8.2.2.7 Répéter les opérations décrites en 8.2.2.4 à 8.2.2.6 sur les deux autres prises d'essai de l'échantillon pour étalonnage en introduisant toujours m_1 en 8.2.2.4, puis les teneurs en eau relatives respectives w_2 et w_3 en 8.2.2.5.

8.2.2.8 Calculer les paramètres d'étalonnage comme indiqué en 8.1.8.

8.3 Étalonnage pour la détermination de la teneur en huile

8.3.1 Méthode A: Trois échantillons pour étalonnage, de teneurs en huile connues

Utiliser les échantillons spécifiés en 4.1.

Suivre la méthode générale spécifiée en 8.1.1 à 8.1.9.

8.3.2 Méthode B: Un seul échantillon pour étalonnage, de teneur en huile connue

NOTE 8 Dans cette méthode d'étalonnage, on fait varier la quantité d'huile détectée par le spectromètre RMN en faisant varier la hauteur de remplissage des tubes contenant l'échantillon pour étalonnage.

8.3.2.1 Suivre la méthode générale spécifiée en 8.1.1.

8.3.2.2 Prendre trois tubes à échantillons tarés (5.2), les remplir des prises d'essai de l'échantillon pour étalonnage de teneur en huile connue jusqu'à, respectivement, 35 mm, 30 mm et 25 mm de hauteur environ (hauteur minimale 20 mm), puis peser. Noter les masses correspondantes, en grammes, désignées par m_1 , m_2 et m_3 .

8.3.2.3 Calculer la teneur en huile relative, h , en pourcentage en masse, de chacune des trois prises d'essai de l'échantillon pour étalonnage, d'après les formules suivantes:

$$h_1 = \frac{m_1 \times H}{m_1}$$

$$h_2 = \frac{m_2 \times H}{m_1}$$

$$h_3 = \frac{m_3 \times H}{m_1}$$

où

m_1 , m_2 et m_3 sont les masses, en grammes, des trois prises d'essai de l'échantillon pour étalonnage;

H est la teneur en huile, en pourcentage en masse, de l'échantillon pour étalonnage, déterminée conformément à l'ISO 659.

8.3.2.4 Suivre la méthode générale spécifiée en 8.1.2 à 8.1.8, en introduisant la teneur en huile, en grammes, dans l'opération décrite en 8.1.5.

8.3.2.5 Introduire dans le spectromètre la valeur, m_1 , de la masse obtenue pour la première prise d'essai.

8.3.2.6 Introduire dans le spectromètre la valeur, h_1 , de la teneur en huile relative de la première prise d'essai.

8.3.2.7 Placer le tube contenant la prise d'essai de l'échantillon pour étalonnage dans la tête de mesure et procéder à la détermination.

8.3.2.8 Répéter les opérations décrites en 8.3.2.5 à 8.3.2.7 sur les deux autres prises d'essai de l'échantillon pour étalonnage (en introduisant toujours m_1 en 8.3.2.5, puis les teneurs en huile relatives respectives h_2 et h_3 en 8.3.2.6).

8.3.2.9 Pour obtenir le point zéro sur la courbe d'étalonnage, introduire dans le spectromètre RMN, la valeur m_1 de la masse et une teneur en huile relative de 0,01 %. Placer un tube vide dans la tête de mesure et procéder à la détermination.

8.3.2.10 Calculer les paramètres d'étalonnage comme indiqué en 8.1.8.

9 Mode opératoire

Effectuer au moins deux déterminations sur des prises d'essai provenant du même échantillon pour essai.

9.1 Conditions requises pour le laboratoire d'essai et le conditionnement de l'échantillon pour essai

La température du laboratoire d'essai doit être maintenue entre 17 °C et 28 °C. Il est par conséquent recommandé d'effectuer la détermination dans une salle à température contrôlée.

Transférer les échantillons pour essai (article 7) dans le laboratoire, au moins 60 min avant la détermination, afin qu'ils atteignent la température d'équilibre.

9.2 Prise d'essai

NOTE 9 La reproductibilité de la méthode est améliorée lorsque les mesures obtenues avec le spectromètre sont effectuées sur des prises d'essai de volume constant.

Préparer des prises d'essai de volume constant en utilisant une des méthodes suivantes:

- Mesurer un volume choisi de l'échantillon pour essai (9.1), le transvaser quantitativement dans un tube à échantillons taré (5.2) (par exemple, utiliser 40 ml de l'échantillon pour essai pour des tubes de 40 mm de diamètre).
- Transvaser une quantité suffisante de l'échantillon pour essai (9.1) dans le tube à échantillons de manière à le remplir à une hauteur optimale de 30 mm \pm 5 mm. (Il est recommandé d'inscrire sur

le tube, au feutre, une marque indiquant la hauteur 30 mm.)

Si l'on effectue des mesurages sur des échantillons de graines de tournesol contenant des graines décortiquées, s'assurer que l'échantillon mesuré est bien représentatif.

NOTES

10 Lorsqu'on ne dispose que d'une petite quantité de graines, il est possible d'utiliser des tubes à échantillons plus petits, de diamètre égal à 25 mm. Le volume à mesurer est alors égal à 13 ml, soit environ 9 g de graines de colza. Compte tenu de la faible durée du mesurage et de la faible quantité de graines contenues dans l'échantillon, il est recommandé d'effectuer trois déterminations pour obtenir un résultat représentatif, et dans ce cas, la variabilité est plus importante.

11 Les masses de graines correspondant à une hauteur de remplissage de 30 mm sont les suivantes:

graines de colza entières: 22 g à 25 g

graines de tournesol entières: 14 g à 17 g

graines de soja entières: 21 g à 24 g.

9.3 Détermination

IMPORTANT — Vérifier l'étalonnage avant chaque série de mesurages (ou au minimum une fois par jour), avec un échantillon pour étalonnage de teneur en eau et en huile connue.

9.3.1 Cas général

9.3.1.1 Sélectionner le programme et les paramètres de mesurage adaptés à la détermination de la teneur en eau, ou à celle de la teneur en huile, et le numéro de la courbe d'étalonnage qui correspond au type de détermination et à l'espèce de graines considérés.

9.3.1.2 Mettre le spectromètre en mode mesurage.

9.3.1.3 Peser la prise d'essai (9.2) et transmettre au spectromètre cette masse enregistrée par la balance.

9.3.1.4 Placer le tube contenant la prise d'essai dans la tête de mesure et procéder à la détermination des teneurs en eau et en huile.

9.3.2 Graines de colza et graines de tournesol ayant une teneur en eau supérieure à 10 % (m/m) et graines de soja ayant une teneur en eau supérieure à 14 % (m/m)

NOTE 12 Dans ce cas, la spectrométrie RMN pulsée et la méthode d'écho de spin ne permettent pas l'obtention de résultats corrects, car l'eau en excès n'a pas le même comportement et contribue, comme la phase huileuse, au

signal d'écho de spin. Il faut donc sécher partiellement l'échantillon pour éliminer cet excès.

9.3.2.1 Transvaser quantitativement dans les boîtes (5.5) la prise d'essai de masse m précédemment pesée et la sécher à l'étuve (5.4) pendant 1 h à 103 °C avec le couvercle retiré.

9.3.2.2 Sortir les boîtes de l'étuve, remettre le couvercle et laisser refroidir dans le dessiccateur (5.6) jusqu'à la température de mesurage (environ 1 h).

9.3.2.3 Transvaser quantitativement la prise d'essai dans le tube à échantillons préalablement taré, puis peser et en déduire la masse m_0 de la prise d'essai séchée.

9.3.2.4 Suivre la méthode spécifiée en 9.3.1.1 et 9.3.1.2.

9.3.2.5 Introduire dans le spectromètre la valeur, m , de la masse initiale de la prise d'essai.

9.3.2.6 Placer le tube contenant la prise d'essai dans la tête de mesure et procéder à la détermination de la teneur en eau, W_b .

9.3.2.7 Corriger la lecture précédemment obtenue pour la teneur en eau, W_b , pour obtenir la teneur totale en eau W , en pourcentage en masse, en utilisant la formule suivante:

$$W = W_b + \frac{m - m_0}{m} \times 100$$

où

- m est la masse initiale, en grammes, de la prise d'essai, déterminée en 9.3.2.1;
- m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai séchée, déterminée en 9.3.2.3;
- W_b est la teneur en eau, exprimée en pourcentage en masse, mesurée en 9.3.2.6.

10 Expression des résultats

Contrôler si la condition de répétabilité (11.1) est satisfaite.

Si c'est le cas, prendre comme résultat la moyenne arithmétique des résultats de deux déterminations ou plus. Sinon, rejeter les résultats et effectuer deux nouvelles déterminations.

11 Fidélité

Pour les résultats d'un essai interlaboratoire effectué sur des graines de colza, voir annexe A.

11.1 Répétabilité

La différence absolue entre deux résultats d'essai individuels indépendants, obtenus à l'aide de la même méthode sur un matériau identique soumis à l'essai dans le même laboratoire par le même opérateur utilisant le même appareillage et dans un court intervalle de temps, ne doit pas être supérieure à

0,6 % pour l'huile

0,1 % pour l'eau

11.2 Reproductibilité

La différence absolue entre deux résultats d'essai individuels, obtenus à l'aide de la même méthode sur un matériau identique soumis à l'essai dans des laboratoires différents par des opérateurs différents utilisant des appareillages différents, ne doit pas être supérieure à

1,6 % pour l'huile

0,7 % pour l'eau

12 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit indiquer

- le spectromètre RMN utilisé,
- la méthode utilisée,
- le (les) résultat(s) d'essai obtenu(s), et
- si la répétabilité a été vérifiée, le résultat final cité qui a été obtenu.

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 le (les) résultat(s) d'essai.

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

Annexe A (informative)

Résultats d'essai interlaboratoire

Un essai interlaboratoire organisé sur le plan international a été réalisé par 13 laboratoires. Les résultats statistiques indiqués dans le tableau A.1 ont été déterminés conformément à l'ISO 5725²⁾.

Un essai interlaboratoire est en cours sur les graines de soja, de tournesol et de lin.

Tableau A.1 — Essai interlaboratoire sur les graines de colza

	Teneur en huile		Teneur en eau	
	Lot 1	Lot 2	Lot 1	Lot 2
Nombre de laboratoires retenus après élimination des aberrants	13	13	12	12
Moyenne des teneurs, % (m/m)	40,83	41,38	7,01	6,01
Écart-type de répétabilité, s_r	0,25	0,15	0,04	0,03
Coefficient de variation de répétabilité, %	0,63	0,38	0,60	0,58
Répétabilité, 2,83 s_r	0,72	0,45	0,11	0,09
Écart-type de reproductibilité, s_R	0,55	0,55	0,24	0,36
Coefficient de variation de reproductibilité, %	1,35	1,33	3,41	6,01
Reproductibilité, 2,83 s_R	1,56	1,56	0,67	1,02

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.*