

---

---

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

*Oilseed residues — Simultaneous determination of oil and water  
contents — Method using pulsed nuclear magnetic resonance  
spectroscopy*

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

[ISO 10632:2000](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1a1c386c-d089-4775-9304-5a0e5454a167/iso-10632-2000)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1a1c386c-d089-4775-9304-5a0e5454a167/iso-10632-2000>



**PDF – Exonération de responsabilité**

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO 10632:2000](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1a1c386c-d089-4775-9304-5a0e5454a167/iso-10632-2000)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1a1c386c-d089-4775-9304-5a0e5454a167/iso-10632-2000>

© ISO 2000

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, 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'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office  
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20  
Tel. + 41 22 749 01 11  
Fax. + 41 22 734 10 79  
E-mail [copyright@iso.ch](mailto:copyright@iso.ch)  
Web [www.iso.ch](http://www.iso.ch)

Imprimé en Suisse

## 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 Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 3.

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.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments de la présente Norme internationale peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

La Norme internationale ISO 10632 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.

[ISO 10632:2000](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1a1c386c-d089-4775-9304-5a0e5454a167/iso-10632-2000)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1a1c386c-d089-4775-9304-5a0e5454a167/iso-10632-2000>

## Introduction

La méthode spécifiée dans la présente Norme internationale a fait l'objet d'un essai interlaboratoires international. Cependant, en raison d'un nombre insuffisant de laboratoires participant à l'essai, aucune donnée de fidélité n'a été calculée. Voir l'article 11 et l'annexe A.

# iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 10632:2000](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1a1c386c-d089-4775-9304-5a0e5454a167/iso-10632-2000)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1a1c386c-d089-4775-9304-5a0e5454a167/iso-10632-2000>

# Tourteaux de graines oléagineuses — Détermination simultanée de la teneur en huile et en eau — Méthode par résonance magnétique nucléaire pulsée

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode rapide par résonance magnétique nucléaire (RMN) pulsée pour déterminer la teneur en huile et en eau de tourteaux, à l'exclusion des produits composés, provenant de l'extraction de l'huile des graines oléagineuses par pression ou au moyen de solvants.

Elle est applicable aux tourteaux en farine, en aggloméré ou en plaques, à condition que leur granulométrie ne dépasse pas 2 mm et que leur teneur en eau ne dépasse pas le seuil de conversion.

## 2 Références normatives

Les documents normatifs suivants contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui y est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Pour les références datées, les amendements ultérieurs ou les révisions de ces publications ne s'appliquent pas. Toutefois, les parties prenantes aux accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des documents normatifs indiqués ci-après. Pour les références non datées, la dernière édition du document normatif en référence s'applique. Les membres de l'ISO et de la CEI possèdent le registre des Normes internationales en vigueur.

ISO 734-1, *Tourteaux de graines oléagineuses — Détermination de la teneur en huile — Partie 1: Méthode par extraction à l'hexane (ou à l'éther de pétrole)*.

ISO 734-2, *Tourteaux de graines oléagineuses — Détermination de la teneur en huile — Partie 2: Méthode rapide par extraction*.

ISO 771, *Tourteaux de graines oléagineuses — Détermination de la teneur en eau et en matières volatiles*.

ISO 5502, *Tourteaux de graines oléagineuses — Préparation des échantillons pour essai*.

## 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 maximale 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 1 L'amplitude maximale 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; cette différence 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 2 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

### 4.1 Généralités

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

### 4.2 Échantillons pour l'étalonnage de la teneur en eau

La teneur en eau des tourteaux pouvant varier selon les conditions de stockage, il est nécessaire de la déterminer conformément à l'ISO 771 juste avant l'étalonnage.

### 4.3 Échantillons pour l'étalonnage de la teneur en huile

Utiliser des échantillons de tourteaux de graines de même espèce que les échantillons pour essais et de composition semblable en acides gras (notamment dans le cas d'analyse de graines de colza riches en acide érucique ou de graines de tournesol riches en acide oléique). Leur teneur en huile doit être déterminée par la méthode de référence spécifiée dans l'ISO 734-1.

## 5 Appareillage

ISO 10632:2000

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1a1c386c-d089-4775-9304-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1a1c386c-d089-4775-9304-570e54541670/iso-10632-2000)

Matériel courant de laboratoire et, en particulier, ce qui suit.

**5.1 Spectromètre RMN pulsée à basse résolution**, permettant le mesurage de la teneur en huile et en eau des graines oléagineuses.

Les réglages de l'appareil doivent être conformes aux instructions et/ou spécifications du constructeur.

**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**, capable de peser à 0,01 g près, et de préférence couplée au spectromètre RMN de manière à permettre l'enregistrement direct dans le spectromètre de la masse de l'échantillon.

**5.4 Étuve isotherme**, réglée à 103 °C ± 2 °C.

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

**5.6 Dessiccateur**, contenant un déshydratant efficace.

**5.7 Broyeur mécanique ou mortier**, facile à nettoyer et permettant le broyage, en particules pouvant traverser complètement un tamis de 2 mm d'ouverture de mailles, des tourteaux agglomérés ou en plaques, sans échauffement et sans modification sensible de leurs teneurs en eau, en matières volatiles et en huile.

## 6 Échantillonnage

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 5500.

Il est important que le laboratoire reçoive un échantillon réellement représentatif, non endommagé ou modifié lors du transport et de l'entreposage.

## 7 Préparation de l'échantillonnage pour essai

Préparer l'échantillon pour essai conformément à l'ISO 5502.

Retirer de l'échantillon pour essai préparé tous les objets métalliques (par exemple agrafes, aiguilles, etc.).

## 8 Étalonage

### 8.1 Méthode générale

**8.1.1** Dans beaucoup de tourteaux, la teneur en huile est très faible (1 % à 3 %) par rapport à la teneur en eau (8 % à 12 %). La gamme disponible de tourteaux présente des teneurs en huile et en eau très faibles, souvent inférieures à 2 %. Dans ce cas, on préférera la méthode B en l'appliquant sur deux échantillons, ce qui permettra d'obtenir 6 points sur la courbe d'étalonnage. Lorsque la teneur en eau est supérieure à la teneur en huile, le signal  $S_1$ , mesuré après 50  $\mu$ s, est très fort comparé au signal d'écho de spin  $S_2$  de l'huile. Ainsi, pour l'étalonnage et le mesurage de la teneur en huile, il est recommandé d'utiliser une valeur de l'atténuateur (en décibels) optimisée pour le signal le plus fort; par conséquent, cette valeur sera moins performante pour le signal le plus faible.

**8.1.2** 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 ( $\pm 2$  °C).

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

**8.1.3** Entrer dans le spectromètre RMN les paramètres (séquences d'impulsions, atténuations, etc.) requis pour le mesurage de la teneur en huile ou en eau, en 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 de 25 s.

**8.1.4** Mettre le spectromètre en mode étalonnage.

**8.1.5** 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 Il est également possible d'entrer manuellement la masse de l'échantillon pour étalonnage dans le spectromètre RMN.

**8.1.6** 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.

**8.1.7** Introduire le tube à échantillons contenant le premier échantillon pour étalonnage dans la tête de mesure et déterminer la teneur en eau ou en huile.

**8.1.8** Répéter les étapes 8.1.5 à 8.1.7 sur les deux (ou plus) autres échantillons pour étalonnage.

**8.1.9** 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 734 et dans l'ISO 771 respectivement, pour vérifier les valeurs obtenues, ou recommencer l'étalonnage en utilisant trois (ou plus) autres échantillons pour étalonnage.

Mettre en mémoire la courbe d'étalonnage, sous le numéro spécifié en 8.1.3.

**8.1.10** Terminer la courbe d'étalonnage huile en utilisant un tube vide et en répétant les étapes 8.1.5 à 8.1.7. Cette partie de la méthode n'est pas applicable à 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 fiable, il est nécessaire que les teneurs en eau des échantillons pour étalonnage couvrent la gamme la plus large possible. Toutefois, une teneur en eau égale à 0 n'est pas admise.

Suivre la méthode générale spécifiée en 8.1.2 à 8.1.9.

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

NOTE 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 8.1.2 à 8.1.4.

**8.2.2.2** Prendre trois tubes à échantillons tarés (5.2), les remplir de prélèvements de l'échantillon pour étalonnage de teneur en eau connue jusqu'à respectivement trois hauteurs différentes, respectant les préconisations du constructeur, puis peser. Noter les masses correspondantes, en grammes, désignées par  $m_1$ ,  $m_2$  et  $m_3$ .

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 chacun des trois prélèvements de l'échantillon pour étalonnage, comme suit:

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

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

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

où

$m_1, m_2, m_3$  sont les masses, en grammes, des prélèvements de l'échantillon pour étalonnage contenus dans chacun des trois tubes, avec  $m_1$  représentant la masse la plus élevée;

$W$  est la teneur en eau, en pourcentage en masse, de l'échantillon pour étalonnage, déterminée conformément à l'ISO 771.

- 8.2.2.4** Introduire dans le spectromètre la valeur  $m_1$  de la masse obtenue pour le premier prélèvement.
- 8.2.2.5** Introduire dans le spectromètre la valeur  $w_1$  de la teneur en eau relative du premier prélèvement.
- 8.2.2.6** Placer le tube contenant le premier prélèvement 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 prélèvements 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 8.1.9.

### 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 4.3.

Suivre la méthode générale spécifiée en 8.1.2 à 8.1.10.

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

NOTE 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 8.1.2).

**8.3.2.2** Prendre trois tubes à échantillons tarés (5.2), les remplir des prélèvements de l'échantillon pour étalonnage de teneur en huile connue jusqu'à respectivement trois hauteurs différentes, respectant les préconisations du constructeur, 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 chacun des trois prélèvements pour étalonnage, comme suit:

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

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

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

où

$m_1, m_2, m_3$  sont les masses, en grammes, des trois prélèvements 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 734, partie 1 ou 2.

- 8.3.2.4** Suivre la méthode générale spécifiée de 8.1.3 à 8.1.9, en introduisant la valeur de teneur en huile, en grammes, dans l'opération décrite en 8.1.6.
- 8.3.2.5** Introduire dans le spectromètre la valeur  $m_1$  de la masse obtenue pour le premier prélèvement.