
**Graines oléagineuses — Détermination de
la teneur en huile (Méthode de référence)**

Oilseeds — Determination of oil content (Reference method)

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

[ISO 659:1998](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5ffd9caa-3894-4b89-9df8-e1a1588ef505/iso-659-1998>



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 659 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits agricoles alimentaires*, sous-comité SC 2, *Graines et fruits oléagineux*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 659:1988), dont elle constitue une révision technique.

Les annexes A et B de la présente Norme internationale sont données uniquement à titre d'information.

© ISO 1998

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'éditeur.

Organisation internationale de normalisation
Case postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse
Internet iso@iso.ch

Imprimé en Suisse

Graines oléagineuses — Détermination de la teneur en huile (Méthode de référence)

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de référence pour la détermination de l'extrait à l'hexane (ou à l'éther de pétrole), dit "teneur en huile", des graines oléagineuses utilisées comme matière première industrielle.

NOTE Sur demande, on peut analyser séparément:

- les graines pures et les impuretés (voir 9.3);
- les graines pures, les poussières totales, les impuretés non oléagineuses et oléagineuses, dans le cas de l'arachide.

La méthode a été essayée sur des graines de colza, de soja et de tournesol. Ceci n'exclut, toutefois, la possibilité d'appliquer cette méthode à d'autres graines disponibles dans le commerce.

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 658:1988, *Graines oléagineuses — Détermination de la teneur en impuretés.*

ISO 664:1990, *Graines oléagineuses — Réduction des échantillons pour laboratoire en échantillons pour essai.*

ISO 665:1977, *Graines oléagineuses — Détermination de la teneur en eau et matières volatiles.*

3 Définition

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

3.1

extrait à l'hexane, dit "teneur en huile"

totalité des substances extraites dans les conditions opératoires spécifiées dans la présente Norme internationale et exprimée en pourcentage en masse rapporté au produit tel quel ou à la graine nettoyée

NOTE Sur demande, il peut être exprimé par rapport à la matière sèche.

4 Principe

Extraction d'une prise d'essai dans un appareil approprié, avec de l'hexane technique ou de l'éther de pétrole. Élimination du solvant d'extraction et pesée de l'extrait obtenu.

5 Réactif

5.1 Hexane technique; *n*-hexane ou éther de pétrole, essentiellement constitué d'hydrocarbures à 6 atomes de carbone dont moins de 5 % distillent au-dessous de 40 °C et plus de 95 % distillent entre 40 °C et 60 °C ou entre 50 °C et 70 °C. Le résidu à l'évaporation complète doit être, pour les deux solvants, inférieur à 2 mg pour 100 ml.

6 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et notamment:

6.1 Balance analytique.

6.2 Broyeur mécanique, facile à nettoyer, approprié à la nature des graines oléagineuses et permettant le broyage de celles-ci jusqu'à obtention d'une granulométrie homogène sans échauffement et sans modification sensible de leur teneur en eau, en matières volatiles et en huile.

NOTE Les broyeurs suivants ont donné des résultats satisfaisants:

- le broyeur de laboratoire Christy Norris 8" ¹⁾ muni d'une plaque perforée ou de tamis type crible à barreaux, selon le type de graine (par exemple, plaque perforée de trous de 0,8 mm, ou cribles à barreaux de 3 mm et 6 mm; voir 8.3.2, 8.3.3 et 8.3.4);
- le broyeur ultra centrifuge (UCM) (Glen Creston) ¹⁾ muni d'un tamis à 1 mm pour les graines de tournesol ainsi que d'autres tamis selon le type de graine.

D'autres broyeurs peuvent donner des résultats satisfaisants à condition qu'ils soient conformes aux critères énoncés ci-dessus.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5ffd9caa-3894-4b89-9df8-e1a1588ef505/iso-659-1998>

6.3 Microbroyeur mécanique, capable de produire une finesse de mouture des graines oléagineuses inférieure à 160 µm, à l'exception de "l'enveloppe" dont les particules peuvent atteindre 400 µm.

NOTE Le broyeur analytique de type « Dangoumeau » ²⁾ muni d'un tambour de 150 ml d'une charge de billes d'acier de 1 cm, 2 cm et 3 cm de diamètre (environ 7 g, 30 g et 130 g) en fonction de l'échantillon à broyer, a donné des résultats satisfaisants.

Les micro-broyeurs suivants ont également donné des résultats satisfaisants:

- Retsch ²⁾, IE Retsch ²⁾, Planetary Ball Mill ²⁾, Centrifugal Ball Mill S1 et S2 ²⁾, Batam Mikro Pulverizer Hammer Mill ²⁾, IKA Mill ²⁾, Fritch Pulverisette 5 Planetary Ball Mill ²⁾ et Steam Mill ²⁾.

6.4 Cartouche à extraction et ouate, exemptes de matières solubles dans l'hexane ou dans l'éther de pétrole.

6.5 Appareil à extraction approprié, muni d'un ballon de 200 ml à 250 ml de capacité.

1) Le broyeur de laboratoire Christy Norris 8" et le broyeur ultra centrifuge (UCM) (Glen Creston) constituent des exemples de produits adaptés disponibles dans le commerce. Cette information est à l'usage des utilisateurs de la présente Norme internationale mais ne signifie en aucun cas que l'ISO garantit ces produits.

2) Les micro-broyeurs mentionnés ci-dessus sont des exemples de produits donnant des résultats satisfaisants disponibles dans le commerce. Cette information est donnée à l'usage des utilisateurs de la présente Norme internationale mais ne signifie en aucun cas que l'ISO garantit ces produits.

NOTE Les extracteurs directs du type Butt, Smalley et Bolton-Williams ³⁾ conviennent.

L'utilisation d'autres extracteurs est conditionnée par les résultats d'un contrôle effectué sur un échantillon étalon, de teneur en huile connue, afin de vérifier si l'appareil convient.

6.6 Pierre ponce, en petits grains, ou autres régulateurs d'ébullition, séchés dans une étuve à (103 ± 2) °C et refroidis dans un dessiccateur.

6.7 Appareillage permettant d'éliminer sans danger le solvant de la cartouche à extraction (par exemple dans un courant d'air chaud).

6.8 Bain à chauffage électrique (bain de sable, bain d'eau, chauffe-ballon, etc.), ou **plaque chauffante**.

6.9 Étuve à chauffage électrique, munie d'un dispositif de thermorégulation, réglable à (103 ± 2) °C. Il convient que l'étuve puisse être utilisée à la pression atmosphérique ou à une pression réduite (voir 9.2.3).

6.10 Dessiccateur, contenant un agent déshydratant efficace (par exemple P_2O_5 ou un gel de silice avec indicateur de déshydratation).

6.11 Étuve à chauffage électrique, réglable à (130 ± 2) °C (dans le cas de graines de coton voir 8.3.5).

6.12 Vase métallique, à fond plat, d'environ 100 mm de diamètre et d'environ 40 mm de hauteur.

iteh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 659:1998

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5ffd9caa-3894-4b89-9df8-e1a1588ef505/iso-659-1998>

7 Échantillonnage

L'échantillonnage ne faisant pas partie de la méthode spécifiée dans la présente Norme internationale, il est recommandé de suivre celle indiquée dans la norme ISO 542.

Il importe que le laboratoire reçoive un échantillon véritablement représentatif et qui n'a été ni endommagé ni modifié pendant le transport et le stockage.

8 Préparation de l'échantillon pour essai

8.1 Réduction des échantillons de laboratoire

Préparer l'échantillon pour essai conformément à l'ISO 664. Si, avant la réduction de l'échantillon pour laboratoire, on a séparé les gros corps étrangers non oléagineux, il en sera tenu compte dans les calculs (voir 10.1.3). Selon les stipulations du contrat, opérer sur l'échantillon tel quel ou après séparation des impuretés.

8.2 Préséchage

8.2.1 La teneur en eau de la prise d'essai (9.1) doit être inférieure à 10 % (*m/m*) une fois lancée l'extraction de l'huile (9.2).

3) Les extracteurs mentionnés ci-dessus sont des exemples de produits donnant des résultats satisfaisants disponibles dans le commerce. Cette information est donnée à l'usage des utilisateurs de la présente Norme internationale mais ne signifie en aucun cas que l'ISO garantit ces produits.

NOTE La non-observation de cette prescription peut conduire à des résultats erronés et invalider l'analyse.

Effectuer un contrôle rapide pour évaluer la teneur en eau de l'échantillon pour analyse (8.1). Si cette dernière est supérieure à 10 % (*m/m*), la réduire à moins de 10 % (*m/m*) en séchant l'échantillon pour analyse (8.1) dans un récipient placé dans une étuve réglée à une température de 80 °C maximum. Conserver le matériau partiellement séché dans un bocal hermétiquement fermé. Déterminer les teneurs en eau de l'échantillon pour analyse partiellement séché ainsi que de l'échantillon d'origine selon la méthode donnée dans l'ISO 665 et en tenir compte dans le calcul final (voir 10.1.6).

8.3 Échantillon pour essai

8.3.1 Remarques préliminaires

Il est primordial d'effectuer les extractions d'huile dans les trente minutes qui suivent la mouture, et ce, surtout si la teneur en acides gras insaturés contenus dans l'huile extraite doit être déterminée.

Veiller à nettoyer soigneusement les broyeurs avant de broyer chaque échantillon. Tout matériau adhérant au broyeur doit être incorporé dans le matériau broyé.

NOTE Dans l'essai suivant les termes "graines" ou "noix / amandes" font référence non seulement aux graines entières mais aussi aux fragments qui s'en sont détachés.

8.3.2 Noix de palmiste

La coque est considérée comme faisant partie des impuretés, même lorsqu'elle est attachée aux noix. Avant l'analyse, séparer quantitativement les coques et la poussière, des noix.

La coque est dure et difficile à broyer. Il est quasiment impossible d'obtenir un échantillon homogène si les graines et les impuretés sont broyées ensemble. Si la teneur en huile de tout l'échantillon tel quel doit être déterminée, analyser les graines et les impuretés (coque et poussière) séparément et calculer la teneur en huile (voir 10.1.2).

Préparer les échantillons pour essai en broyant séparément 600 g de noix bien mélangées, puis toutes les poussières et coques séparées lors de la détermination de la teneur en impuretés effectuée suivant la méthode donnée dans l'ISO 658.

Les techniques de broyage suivantes ont donné des résultats satisfaisants:

- s'agissant de noix pures: broyer l'échantillon dans un broyeur de laboratoire Christy Norris⁴⁾ (6.2) muni d'un crible à barreaux de 6 mm;
- s'agissant des coques et des poussières: les broyer dans un microbroyeur (6.3) pendant 10 min à l'aide d'une bille d'acier de 3 cm de diamètre.

8.3.3 Coprah (et noix de coco)

Il convient de congeler tout l'échantillon avant de le broyer dans le broyeur mécanique (6.2).

Le broyeur de laboratoire Christy Norris⁴⁾ muni d'un tamis de 6 mm a donné des résultats satisfaisants. La longueur des particules du broyat doit être d'environ 2 mm mais ne doit pas être supérieure à 5 mm. Mélanger le broyat avec soin et effectuer la détermination sans délai. Veiller à éviter toute aggravation de condensation d'humidité sur les graines pendant et après le broyage.

Veiller tout particulièrement à éviter toute apparition de condensation d'eau sur les graines pendant et après le broyage.

4) Voir note de bas de page 1).

8.3.4 Grosses graines et graines de grosseur moyenne (illipé, karité, tournesol, arachide, soja, etc.)

Sauf dans le cas des graines de coton, broyer l'échantillon pour essai dans le broyeur mécanique (6.2) jusqu'à l'obtention de particules ayant au plus 2 mm dans leur plus grande dimension. Rejeter la tête de la mouture (environ un vingtième de l'échantillon), recueillir le reste, le mélanger avec soin et effectuer la détermination sans délai.

Les techniques de broyage suivantes ont donné des résultats satisfaisants:

- s'agissant de soja: le broyeur de laboratoire Christy Norris⁴⁾ muni d'une plaque perforée de trous de 0,8 mm, ou le broyeur Ultra Centrifuge⁴⁾ muni d'un tamis de 1 mm;
- s'agissant de tournesol: le broyeur UCM⁴⁾ muni d'un tamis de 1 mm;
- s'agissant d'arachides: le broyeur de laboratoire Christy Norris⁴⁾ muni d'un crible à barreaux de 3 mm. Pour les échantillons contenant plus d'environ 45 % (*m/m*) d'huile, veiller à éviter autant que possible la formation d'une masse pâteuse;
- s'agissant d'autres graines: crible à barreaux de 6 mm.

NOTE La mouture de graines très oléagineuses peut être améliorée en congelant au préalable les graines à une température comprise entre $-10\text{ }^{\circ}\text{C}$ et $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$. Cependant, il convient de veiller tout particulièrement à éviter toute apparition de condensation d'eau sur les graines pendant et après le broyage.

8.3.5 Graines de coton

Peser, à 1 mg près, dans le vase métallique (6.1.2) taré, environ 15 g de l'échantillon tel quel. Placer le vase avec les graines dans l'étuve (6.11) préalablement chauffée à $130\text{ }^{\circ}\text{C}$ et laisser sécher durant 2 h à $(130 \pm 2)\text{ }^{\circ}\text{C}$; ensuite, retirer le vase de l'étuve et laisser refroidir à l'air durant environ 30 min. Transférer toute la prise d'essai dans un broyeur (6.2) et moudre pour casser les graines et les linters. Transférer la mouture dans une cartouche à extraction (6.4) puis effectuer la détermination. [ISO 659:1998](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5ffd9caa-3894-4b89-9df8-e1a1588ef505/iso-659-1998)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5ffd9caa-3894-4b89-9df8-e1a1588ef505/iso-659-1998>

8.3.6 Petites graines (lin, colza, etc.)

Prélever dans l'échantillon tel quel une prise d'essai représentative de 100 g environ et la moudre (6.2) jusqu'à ce qu'il ne reste plus une seule graine entière. Veiller à ce que toutes les poussières fines adhérant au broyeur soient réincorporées dans la prise d'essai broyée et à ce que l'ensemble soit soigneusement mélangé. Veiller à éviter toute perte d'humidité de l'échantillon broyé.

La durée et la vitesse du broyage (si variables) doivent être prédéterminées en fonction du type de broyeur et du type de graine. Le broyage ne doit pas séparer l'amande de la pellicule de la graine, l'échantillon pour essai ne doit pas être huileux et 95 % (*m/m*) de cet échantillon doit passer à travers un tamis à 1 mm.

Si l'huile des graines exemptes d'impuretés doit être recueillie, éliminer les impuretés selon la méthode donnée dans l'ISO 658 et préparer au moins 30 g de graines "propres" (y compris les graines cassées) car il est impossible de préparer 100 g de très petites graines telles que les graines de sésame.

9 Mode opératoire

NOTE S'il est demandé de vérifier que l'on satisfasse aux exigences données en ce qui concerne les limites de répétabilité (11.2), effectuer deux déterminations séparées conformément à 9.1 et 9.2.

9.1 Prise d'essai

9.1.1 Peser, à 1 mg près, $10\text{ g} \pm 5\text{ g}$ de l'échantillon pour essai (8.3). Pour le traitement des impuretés, voir 9.3.

9.1.2 Pour transférer les particules résiduelles de graines du conteneur à peser dans la cartouche d'extraction (6.4), transférer la prise d'essai dans la cartouche à extraction à l'aide d'un petit tampon de ouate (6.4) mouillé avec le solvant (5.1). Utiliser ce tampon pour boucher la cartouche.

9.2 Détermination

9.2.1 Préparation des ballons

Peser, à 1 mg près, un ballon (6.5) contenant quelques grains de pierre ponce (6.6), préalablement séchés dans une étuve puis refroidis dans un dessiccateur.

9.2.2 Extraction au solvant

Les durées stipulées pour les trois extractions (voir 9.2.2.1, 9.2.2.2 et 9.2.2.3) peuvent varier légèrement (par exemple de ± 10 min). Les temps d'extraction ne peuvent en aucun cas être étendus (comme par exemple pendant toute une nuit).

9.2.2.1 Première extraction

Placer, dans l'appareil à extraction (6.5), la cartouche (6.4) contenant la prise d'essai. Verser, dans le ballon, la quantité nécessaire de solvant (5.1). Adapter le ballon à l'appareil à extraction sur le bain à chauffage électrique ou sur la plaque chauffante (6.8). Conduire le chauffage dans des conditions telles que le débit du reflux soit d'au moins 3 gouttes par seconde (ébullition modérée, non tumultueuse).

Après une extraction d'une durée de 4 h, laisser refroidir. Enlever la cartouche de l'appareil à extraction et la placer dans un courant d'air afin d'éliminer la majeure partie du solvant résiduel (6.7).

9.2.2.2 Deuxième extraction

Vider le contenu de la cartouche dans le tambour du microbroyeur (6.3) et broyer pendant 7 min. Pour la plupart des graines, six billes d'acier de 1 cm de diamètre dans un tambour de 150 ml ont donné des résultats satisfaisants. S'agissant de graines de coton avec linters adhérents, des billes de 2 cm de diamètre ont donné des résultats satisfaisants.

Replacer le mélange dans la cartouche, en utilisant un petit tampon d'ouate pour éliminer toutes les particules résiduelles de graines du broyeur et les ajouter dans la cartouche. Remettre la cartouche dans l'appareil à extraction. Extraire à nouveau durant 2 h, en utilisant le même ballon contenant le premier extrait. Vider et laisser refroidir, enlever la cartouche à nouveau, éliminer la plus grande partie de solvant et répéter le broyage comme décrit ci-dessus.

9.2.2.3 Troisième extraction

Replacer le mélange dans la cartouche, en nettoyant le broyeur comme précédemment (9.2.2.2) et remettre la cartouche dans l'appareil à extraction. Procéder comme précédemment (9.2.2.1) à une troisième extraction pendant 2 h, en utilisant le même ballon.

9.2.3 Élimination du solvant et pesée de l'extrait

Éliminer, par distillation sur le bain à chauffage électrique ou sur la plaque chauffante, la majeure partie du solvant du ballon. Faciliter l'élimination soit en insufflant dans le ballon, par moments, de l'air ou, de préférence un gaz inerte (tel que l'azote ou le dioxyde de carbone). Chasser les dernières traces du solvant en chauffant le ballon durant environ 30 min à 60 min dans l'étuve (6.9) réglée à $(103 \pm 2) ^\circ\text{C}$ à la pression atmosphérique ou à $80 ^\circ\text{C}$ sous pression réduite.

Dans le cas de graines riches en acides volatils (coprah, palmiste, etc.), le séchage de l'extrait doit être effectué à la pression atmosphérique et à 80 °C au maximum.

Dans le cas de graines à huile siccative ou semi-siccative, il est préférable d'éliminer le solvant résiduel par séchage sous pression réduite.

Dans le cas d'huiles non lauriques, les traces de solvant peuvent être éliminées en les chauffant à 80 °C sous pression réduite, dans une étuve de séchage à vide.

Laisser refroidir le ballon durant au moins 1 h, dans le dessiccateur (6.10), jusqu'à la température ambiante, et peser à 1 mg près.

Effectuer un deuxième chauffage durant 20 min à 30 min dans les mêmes conditions, laisser refroidir et peser.

La différence entre les deux pesées ne doit pas dépasser 5 mg. Si ce n'est pas le cas, répéter les opérations de chauffage, de refroidissement et de pesée jusqu'à ce que la différence entre deux pesées successives ne dépasse pas 5 mg. Noter la masse finale du ballon.

Si la masse a augmenté de manière significative (plus de 5 mg), il est possible qu'un phénomène d'oxydation de l'huile siccative se soit produit. Il convient donc d'effectuer une analyse supplémentaire, en l'absence totale d'oxygène.

9.2.4 Impuretés éventuelles de l'huile extraite

L'huile extraite doit être limpide; dans le cas contraire, déterminer la quantité d'impuretés présentes. À cette fin, dissoudre les matières grasses dans le solvant utilisé pour l'extraction; filtrer sur un papier-filtre préalablement séché à (103 ± 2) °C jusqu'à masse constante. Laver le papier-filtre plusieurs fois avec le même solvant pour éliminer complètement l'huile; sécher de nouveau à (103 ± 2) °C jusqu'à masse constante. Pour refroidir et peser le papier-filtre, se servir d'un vase approprié muni d'un couvercle. Corriger le résultat en conséquence.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5ffd9caa-3894-4b89-9df8-e1a1588ef505/iso-659-1998>

9.3 "Teneur en huile" des impuretés

Pour déterminer la teneur en huile des impuretés, effectuer l'analyse de la même manière que pour les graines. Toutefois, dans ce cas:

- la prise d'essai peut peser de 5 g à 10 g;
- se limiter à une seule extraction d'une durée de 4 h, la faible erreur par défaut sur la teneur en huile du produit tel quel étant négligeable.

10 Expression des résultats

10.1 Mode de calcul

Dans tous les cas de figure, exprimer les résultats avec une décimale, le résultat étant la moyenne arithmétique de deux déterminations (voir la NOTE dans l'article 9) à condition que la prescription de répétabilité (voir 11.1) soit satisfaite. Sinon, procéder à une nouvelle détermination sur deux autres prises d'essai (8.3). Si les différences sont une fois de plus supérieures aux valeurs indiquées en 12.1, calculer le résultat final en faisant la moyenne arithmétique de quatre résultats, à condition que l'écart maximal entre ces derniers n'excède pas 1,50 % en valeur absolue.