

---

---

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

*Oilseeds — Simultaneous determination of oil and water contents —  
Method using pulsed nuclear magnetic resonance spectrometry*

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

[ISO 10565:1998](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/be4f72aa-2ff-f-459e-aa37-4d98af759cee/iso-10565-1998)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/be4f72aa-2ff-f-459e-aa37-4d98af759cee/iso-10565-1998>



## 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 10565 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 10565:1993), 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 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 spécifie 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.

Elle est applicable aux graines de colza, de soja, de lin et de tournesol 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 Cette méthode a été expérimentée sur les graines de colza, de soja, de lin et de tournesol. Cela n'exclut toutefois pas qu'elle puisse s'appliquer également à d'autres graines oléagineuses du commerce dont l'huile est liquide à la température de mesurage.

NOTE 2 Les valeurs de reproductibilité obtenues sont généralement plus élevées que celles obtenues par la méthode par dessiccation (ISO 665).

ITC STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

## 2 Références normatives

ISO 10565:1998

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 (RF) 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, 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 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

Les échantillons pour étalonnage doivent être homogènes et exempts d'impuretés. Une définition des impuretés est donnée dans l'ISO 658 [1].

### 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 inférieures à 10 % pour toutes les graines.

La teneur en eau des graines peut varier selon les conditions de stockage. Par conséquent, la teneur en eau doit être déterminée conformément à l'ISO 665 juste avant l'étalonnage.

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

iteh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 10565:1998

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/be4f72aa-2f1f-459e-aa37-4d98af759cee/iso-10565-1998>

## 5 Appareillage

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

**5.1 Spectromètre RMN pulsée basse résolution**, permettant le mesurage de la teneur en huile et en eau des graines oléagineuses, et répondant aux exigences de fidélité de 11.2 et 11.3.

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

**AVERTISSEMENT — 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.

Cet appareil peut être couplé soit au spectromètre RMN pour permettre l'enregistrement direct dans le spectromètre de la masse de l'échantillon, soit à un mini-ordinateur (voir NOTE 2 de l'article 3).

**5.4 Étuve isotherme**, pouvant être maintenue à une température de  $103 \text{ °C} \pm 2 \text{ °C}$ .

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

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

Utiliser des échantillons de graines de même espèce que celle des échantillons pour essais et de composition en acides gras semblable (par exemple dans le cas d'analyse de graines de colza riches en acide érucique ou de graines de tournesol riche en acide oléique). La teneur en huile doit être déterminée par la méthode de référence spécifiée dans l'ISO 659.

## 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 542 [2].

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'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 graines entières doivent être homogènes et, autant que possible, exemptes d'impuretés.

## 8 Étalonage

### 8.1 Généralités

**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 ( $\pm 2$  °C).

Le nombre minimum d'échantillons nécessaire pour l'étalonnage est de trois, mais il est permis 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. Transmettre au spectromètre RMN la masse de l'échantillon enregistrée par la balance.

NOTE 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 contenant le premier échantillon pour étalonnage dans la tête de mesure. Enregistrer automatiquement ou manuellement la teneur en eau ou en huile ainsi obtenue.

**8.1.7** Répéter les étapes décrites de 8.1.4 à 8.1.6 sur les échantillons restants (deux ou plus) pour étalonnage.

**8.1.8** Procéder au calcul manuel ou automatique des paramètres nécessaires à l'établissement de la courbe d'étalonnage, en utilisant les résultats obtenus en 8.1.6 et 8.1.7.

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.

Mettre en mémoire la courbe d'étalonnage sous le numéro spécifié en 8.1.2.

**8.1.9** Terminer la courbe d'étalonnage de la teneur en 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 de la teneur en 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 spécifiée en 8.1.1 à 8.1.8.

### 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 8.1.1 à 8.1.3.

**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 Il convient 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, à l'aide des 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 prélèvements de l'échantillon pour étalonnage contenus dans chacun des trois tubes,  $m_1$  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 665.

**8.2.2.4** Introduire dans le spectromètre RMN la valeur,  $m_1$ , de la masse obtenue pour le premier prélèvement.

**8.2.2.5** Introduire dans le spectromètre RMN 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  $m_1$  à l'étape 8.2.2.4, puis les teneurs en eau relatives respectives  $w_2$  et  $w_3$  à l'étape 8.2.2.5.

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

### 8.3 Étalonage pour la détermination de la teneur en huile

#### 8.3.1 Méthode A: Trois échantillons pour étalonage, 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 étalonage, 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 étalonage.

**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 de l'échantillon pour étalonage 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 chacun des trois prélèvements de l'échantillon pour étalonage, à l'aide des 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 prélèvements de l'échantillon pour étalonage;

$H$  est la teneur en huile, en pourcentage en masse, de l'échantillon pour étalonage, 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 valeur de la teneur en huile, en grammes, à l'étape 8.1.5.

**8.3.2.5** Introduire dans le spectromètre RMN la valeur,  $m_1$ , de la masse obtenue pour le premier prélèvement.

**8.3.2.6** Introduire dans le spectromètre RMN la valeur,  $h_1$ , de la teneur en huile relative du premier prélèvement.

**8.3.2.7** Placer le tube contenant le premier prélèvement de l'échantillon pour étalonage 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 avec les deux autres prélèvements de l'échantillon pour étalonage, en introduisant toujours  $m_1$  à l'étape 8.3.2.5, puis les teneurs en huile relatives respectives  $h_2$  et  $h_3$  à l'étape 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.

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 10565:1998

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/be4f72aa-2ff-f-459e-aa37-4d98af759cee/iso-10565-1998>

## 9 Mode opératoire

Effectuer aux moins deux déterminations sur des prélèvements 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 constante 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 (voir l'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 1 La fidélité de la méthode est améliorée lorsque les mesurages au spectromètre RMN sont effectués sur des prises d'essai de volume constant.

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

- a) Mesurer un volume choisi de l'échantillon pour essai (voir 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).
- b) Transvaser une quantité suffisante de l'échantillon pour essai (voir 9.1) dans le tube à échantillons de manière à le remplir à une hauteur optimale  $\pm 5$  mm. La hauteur optimale est indiquée par un marquage sur le tube ou par un trait manuel au feutre.

Si l'on effectue des mesurages sur des échantillons de graines de tournesol décortiquées, s'assurer que celles-ci sont réparties de manière régulière dans les tubes à échantillons.

NOTE 2 Suivre les instructions du constructeur pour les hauteurs de remplissage des tubes à échantillons et pour les gammes de variation de masse recommandées pour les différentes graines.

NOTE 3 Pour une hauteur de remplissage de 30 mm, les gammes de masse suivantes sont recommandées:

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

**AVERTISSEMENT** — Vérifier l'étalonnage avant chaque série de mesurages (ou au minimum une fois par jour), à l'aide d'un échantillon pour étalonnage de teneurs en eau et en huile connues.

#### 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 considéré et à l'espèce de graines.

**9.3.1.2** Mettre le spectromètre en mode mesurage.

**9.3.1.3** Peser la prise d'essai (voir 9.2) et transmettre au spectromètre RMN 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)

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 du spin. Il faut donc sécher partiellement l'échantillon pour ramener cet excès en dessous de 10 %.

**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 obtention de la température de mesure (après environ 1 h).

**9.3.2.3** Transvaser quantitativement la prise d'essai séchée dans le tube à échantillons préalablement pesé. 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 RMN 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 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:

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

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

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 (voir 11.2) 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

### 11.1 Essais interlaboratoires

Les détails des essais interlaboratoires relatifs à la fidélité de la méthode sont résumés dans l'annexe A. Les valeurs dérivées de ces essais peuvent ne pas s'appliquer aux plages de concentrations ou matrices autres que celles données.

### 11.2 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 dans un court intervalle de temps, n'excédera les valeurs suivantes que dans 5 % des cas au plus.