
**Tourteaux de graines oléagineuses —
Détermination de la teneur en huile —**

Partie 1:

Méthode par extraction à l'hexane (ou à l'éther
de pétrole)

iTeh STANDARD PREVIEW

Oilseed residues — Determination of oil content

Part 1: Extraction method with hexane (or light petroleum)

[ISO 734-1:1998](https://standards.iso.org/iso-734-1-1998)

<https://standards.itih.ai/catalog/standards/sist/e2239b57-bf72-491f-a3a7-c5c00cbd5397/iso-734-1-1998>



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 734-1 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits agricoles alimentaires*, sous-comité SC 2, *Graines et fruits oléagineux*.

Cette première édition de l'ISO 734-1, de pair avec l'ISO 734-2, annule et remplace l'ISO 734:1979, qui a fait l'objet d'une révision technique.

L'ISO 734 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Tourteaux de graines oléagineuses — Détermination de la teneur en huile*:

- *Partie 1: Méthode par extraction à l'hexane (ou à l'éther de pétrole)*
- *Partie 2: Méthode rapide par extraction*

© 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

Les annexes A et B de la présente partie de l'ISO 734 sont données uniquement à titre d'information.

Introduction

La détermination de la «teneur en huile» des graines oléagineuses étant effectuée selon l'ISO 659 [1], il a été estimé nécessaire de permettre le contrôle de la fabrication de l'huile en établissant une méthode de référence pour la détermination de la «teneur en huile» des tourteaux de la même manière.

Toutefois, les principaux utilisateurs de tourteaux de graines oléagineuses, à savoir les fabricants d'aliments des animaux, effectuent la détermination par extraction à l'oxyde diéthylique dans certains pays, mais, dans d'autres pays, ils effectuent l'extraction avec le *n*-hexane ou l'éther de pétrole. Les deux méthodes ne donnent pas toujours les mêmes résultats, et un grand nombre de données concernant la formulation des aliments des animaux sont basées sur chacune de ces deux méthodes. Il a donc été jugé nécessaire d'établir une Norme internationale séparée traitant de la méthode à l'oxyde diéthylique, et cela fait l'objet de l'ISO 736 [2].

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 734-1:1998](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e2239b57-bf72-491f-a3a7-c5c00cbd5397/iso-734-1-1998)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e2239b57-bf72-491f-a3a7-c5c00cbd5397/iso-734-1-1998>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 734-1:1998

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e2239b57-bf72-491f-a3a7-c5c00cbd5397/iso-734-1-1998>

Tourteaux de graines oléagineuses — Détermination de la teneur en huile —

Partie 1:

Méthode par extraction à l'hexane (ou à l'éther de pétrole)

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 734 spécifie une méthode de détermination de l'extrait à l'hexane (ou à l'éther de pétrole), dit «teneur en huile», des tourteaux (à l'exclusion des produits composés) provenant de l'extraction de l'huile des graines oléagineuses par pression ou solvant.

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 partie de l'ISO 734. 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 partie de l'ISO 734 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 771:1977, *Tourteaux de graines oléagineuses — Détermination de la teneur en eau et en matières volatiles.*

ISO 5502:1992, *Tourteaux de graines oléagineuses — Préparation des échantillons pour essai.*

3 Définition

Pour les besoins de la présente partie de l'ISO 734, la définition suivante s'applique.

3.1

teneur en huile

totalité des substances extraites dans les conditions opératoires spécifiées dans la présente partie de l'ISO 734, et exprimée en pourcentage en masse rapporté au produit tel quel

NOTE Sur demande, la teneur en huile peut être exprimée par rapport à la matière sèche.

4 Principe

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

5 Réactifs

Sauf indication différente, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue.

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 50 °C et plus de 95 % distillent 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, en particulier, ce qui suit:

6.1 Broyeur mécanique, facile à nettoyer et permettant le broyage des tourteaux, sans échauffement et sans modification sensible de leurs teneurs en eau, en matières volatiles et en huile, pour obtenir des particules pouvant traverser complètement un tamis de 1 mm d'ouverture de maille.

6.2 Microbroyeur mécanique, de type Dangoumau¹⁾, capable de produire une finesse de mouture des tourteaux de graines oléagineuses inférieure à 160 µm, à l'exception de l'«enveloppe» dont les particules peuvent atteindre 400 µm.

NOTE Dans les laboratoires où un microbroyeur n'est pas disponible, le microbroyage de l'échantillon broyé (voir 9.3.3) peut être remplacé par une trituration au pilon dans un mortier, en présence d'environ 10 g de sable qui a été lavé à l'acide chlorhydrique puis calciné. Cependant, le broyage dans un mortier ne peut s'appliquer dans le cas d'analyses multiples, car la fatigue de l'opérateur empêche un broyage suffisamment efficace de nombreux échantillons, et l'extraction de l'huile d'un échantillon grossièrement moulu ne peut jamais être complète.

6.3 Cartouche à extraction et ouate, ou papier-filtre, exempt(es) de matières solubles dans l'hexane ou dans l'éther de pétrole.

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

NOTE Les extracteurs directs du type Butt, Smalley, Twisselmann et Bolton-Williams²⁾ 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.

6.5 Bain à chauffage électrique (bain de sable, bain d'eau, etc.), ou **plaque chauffante**.

6.6 Étuve à chauffage électrique, munie d'un dispositif de thermorégulation, permettant de réaliser une insufflation d'air ou une pression réduite, et capable d'être maintenue à 103 °C ± 2 °C.

6.7 Dessiccateur, contenant un agent déshydratant efficace.

6.8 Pierre ponce, en petits grains, séchée dans une étuve à 103 °C ± 2 °C, puis refroidie dans un dessiccateur.

6.9 Balance analytique, capable de peser à 1 mg près.

1) Dangoumau est un exemple de broyeur approprié, disponible sur le marché. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente partie de l'ISO 734 et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif du produit ainsi désigné.

2) Butt, Smalley, Twisselmann et Bolton-Williams sont des exemples d'extracteurs directs appropriés, disponibles sur le marché. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente partie de l'ISO 734 et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif des produits ainsi désignés.

7 Échantillonnage

L'échantillonnage ne fait pas partie de la méthode spécifiée dans la présente partie de l'ISO 734. Une méthode d'échantillonnage recommandée est donnée dans l'ISO 5500 [3].

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

8 Préparation de l'échantillon pour essai

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

8.2 Broyer l'échantillon pour analyse (8.1), si nécessaire, dans le broyeur mécanique (6.1) préalablement bien nettoyé. Utiliser d'abord environ un vingtième de l'échantillon pour parfaire le nettoyage du broyeur, et rejeter cette mouture. Ensuite, broyer le reste, recueillir la mouture, la mélanger avec soin et effectuer la détermination sans délai.

9 Mode opératoire

NOTE S'il y a lieu de vérifier si l'exigence de la limite de répétabilité (11.2) est satisfaite, effectuer deux déterminations séparées conformément aux paragraphes 9.1 à 9.3.4.

9.1 Prise d'essai

9.1.1 Peser, à 0,001 g près, environ 10 g de l'échantillon pour essai (8.2).

9.1.2 Transférer cette prise d'essai dans la cartouche (6.3) et boucher celle-ci avec un tampon d'ouate (6.3). Dans le cas où l'on utilise un papier-filtre, emballer la prise d'essai dans ce papier.

9.2 Préséchage

Si la prise d'essai est très humide [teneur en eau et matières volatiles supérieures à 10 % (*m/m*)], laisser séjourner un certain temps la cartouche remplie dans une étuve réglée à 80 °C au maximum, pour ramener la teneur en eau et matières volatiles au-dessous de 10 % (*m/m*).

Au lieu du préséchage décrit ci-dessus, on peut mélanger la prise d'essai (9.1.1) dans un récipient approprié avec 2 g à 3 g de sulfate de sodium anhydre, de qualité analytique, pour 5 g de mouture. Poursuivre comme indiqué en 9.1.2 et 9.3.

9.3 Détermination

9.3.1 Préparation du ballon

Peser, à 1 mg près, le ballon de l'appareil à extraction (6.4) contenant un ou deux grains de pierre ponce (6.8).

9.3.2 Première extraction

Placer, dans l'appareil à extraction (6.4), la cartouche (6.3) 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 (6.5). Conduire le chauffage dans des conditions telles que le débit de reflux soit d'au moins trois 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.

9.3.3 Deuxième extraction

Vider la cartouche dans le microbroyeur (6.2) et broyer aussi finement que possible. Replacer le mélange dans la cartouche et celle-ci dans l'appareil à extraction. Extraire de nouveau durant 2 h, en utilisant le ballon contenant le premier extrait.

La solution obtenue dans le ballon à extraction doit être limpide. Dans le cas contraire, la filtrer sur un papier-filtre, en recueillant le filtrat dans un autre ballon préalablement séché et taré, et en lavant plusieurs fois le premier ballon et le papier-filtre avec le même solvant.

9.3.4 Élimination du solvant et pesée de l'extrait

Chasser du ballon, par distillation sur le bain à chauffage électrique ou sur la plaque chauffante (6.5), la majeure partie du solvant. Chasser les dernières traces du solvant en chauffant le ballon durant environ 20 min dans l'étuve (6.6) réglée à 103 °C.

NOTE 1 Dans le cas des tourteaux riches en acides volatils (tourteaux de coprah, palmiste, etc.), il convient d'effectuer le séchage de l'extrait à la pression atmosphérique et à une température de 80 °C au maximum.

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), soit en opérant sous pression réduite.

NOTE 2 Dans le cas des tourteaux de graines à l'huile siccative ou semi-siccative, il est préférable d'éliminer le solvant résiduel par séchage sous pression réduite.

Laisser refroidir le ballon durant au moins 1 h, dans le dessiccateur (6.7), jusqu'à la température ambiante, et peser à 1 mg près.

Effectuer un deuxième chauffage durant environ 10 min dans les mêmes conditions. Laisser refroidir et peser.

La différence entre les deux pesées ne doit pas dépasser 10 mg. Dans le cas contraire, répéter le cycle de chauffage de 10 min, de refroidissement et de pesée, jusqu'à ce que la différence entre deux pesées successives soit au plus égale à 10 mg. Noter la masse finale du ballon.

10 Expression des résultats

10.1 La teneur en huile, H , exprimée en pourcentage en masse du produit tel quel, est égale à

$$H = \frac{m_1}{m_0} \times 100 \%$$

où

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai (9.1.1);

m_1 est la masse, en grammes, de l'extrait après séchage (voir 9.3.4).

Exprimer le résultat avec une décimale.

10.2 Sur demande, la teneur en huile peut être exprimée en pourcentage en masse de la matière sèche. Elle est alors égale à

$$H_D = H \times \frac{100 \%}{100 \% - U}$$

où

H est le pourcentage, en masse, d'huile du produit tel quel (calculé selon 10.1);

U est le pourcentage, en masse, d'eau et de matières volatiles, déterminé selon l'ISO 771.

11 Fidélité

11.1 Essai interlaboratoires

Les détails d'un essai interlaboratoires relatif à la fidélité de la méthode sont résumés dans l'annexe A. Les valeurs dérivées de cet essai 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 0,3 g d'huile pour 100 g d'échantillon que dans 5 % des cas au plus.

11.3 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, n'excédera 0,6 g d'huile pour 100 g d'échantillon que dans 5 % des cas au plus.

12 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit indiquer:

- tous les renseignements nécessaires à l'identification complète de l'échantillon;
- la méthode d'échantillonnage utilisée, si elle est connue;
- la méthode d'essai utilisée, avec référence à la présente partie de l'ISO 734;
- tous les détails opératoires non prévus dans la présente partie de l'ISO 734, ou considérés comme facultatifs, ainsi que les incidents éventuels susceptibles d'avoir agi sur le(s) résultat(s) d'essai;
- le(s) résultat(s) d'essai obtenu(s) et le solvant utilisé, en précisant clairement si le résultat représente la teneur en huile du produit tel quel ou la teneur en huile du produit rapportée à la matière sèche;
- si la répétabilité a été vérifiée, le résultat final cité qui a été obtenu.