

Deuxième édition
2006-11-01

Version corrigée
2007-11-01

**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 meals — Determination of oil content —
Part 1: Extraction method with hexane (or light petroleum)*
(standards.iteh.ai)

[ISO 734-1:2006](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9e12fda0-3b30-4e4b-8440-4f6ebee2b64/iso-734-1-2006)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9e12fda0-3b30-4e4b-8440-4f6ebee2b64/iso-734-1-2006>



Numéro de référence
ISO 734-1:2006(F)

© ISO 2006

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 734-1:2006](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9e12fda0-3b30-4e4b-8440-4f6beed2b64/iso-734-1-2006)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9e12fda0-3b30-4e4b-8440-4f6beed2b64/iso-734-1-2006>

© ISO 2006

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 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Publié 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 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. 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 du présent document 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.

L'ISO 734-1 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits alimentaires*, sous-comité SC 2, *Graines et fruits oléagineux et farines de graines oléagineuses*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 734-1:1998), 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 d'extraction*

La présente version corrigée de l'ISO 734-1:2006 inclut la correction suivante:

- p.2, note de bas de page 2): Ajouter un trait d'union à «Bolton Williams» pour lire «Bolton-Williams».
- p.4, paragraphe 10.2: Le symbole « w_D » dans le dénominateur de l'équation a été remplacé par « w_M ».

Introduction

Une méthode de détermination de la teneur en huile des graines oléagineuses est spécifiée dans l'ISO 659, il est donc 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.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 734-1:2006](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9e12fda0-3b30-4e4b-8440-4f6ebee2b64/iso-734-1-2006)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9e12fda0-3b30-4e4b-8440-4f6ebee2b64/iso-734-1-2006>

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), dite «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 documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

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 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

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 fraction massique rapporté au produit tel que reçu

NOTE La teneur en huile peut aussi être exprimée par rapport à la matière sèche.

4 Principe

Une prise d'essai du produit est extraite dans un appareil approprié, avec de l'hexane technique ou, à défaut, de l'éther de pétrole. Le solvant d'extraction est éliminé et l'extrait obtenu est pesé.

5 Réactif

Sauf spécification contraire, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue.

5.1 Hexane technique, *n*-hexane, ou éther de pétrole, essentiellement constitué d'hydrocarbures à six atomes de carbone.

Moins de 5 % distillent au-dessous de 50 °C et plus de 95 % distillent entre 50 °C et 70 °C.

Pour l'un de ces solvants, le résidu à l'évaporation complète ne doit pas dépasser 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.

Dans les laboratoires où un microbroyeur n'est pas disponible, le microbroyage de l'échantillon broyé (voir 9.4.3) 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 d'extraction et ouate, ou **papier-filtre**, exempt(es) de matières solubles dans l'hexane ou dans l'éther de pétrole.

6.4 Appareillage d'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 préalablement dans une étuve à 103 °C ± 2 °C et refroidie dans un dessiccateur.

6.9 Balance analytique, capable de peser à ± 0,001 g près.

7 Échantillonnage

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

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.

1) Dangoumau est un exemple de microbroyeur mécanique approprié, disponible dans le commerce. Cette information est donnée par souci de commodité à l'intention des utilisateurs de la présente partie de l'ISO 734 et ne saurait constituer un engagement de l'ISO à l'égard de ce produit.

2) Butt, Smalley, Twisselmann et Bolton-Williams sont des exemples d'extracteurs directs appropriés, disponibles dans le commerce. Cette information est donnée par souci de commodité à l'intention des utilisateurs de la présente partie de l'ISO 734 et ne saurait constituer un engagement de l'ISO à l'égard de ce produit.

8 Préparation de l'échantillon d'essai

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

8.2 Broyer l'échantillon pour analyse, 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, puis rejeter cette mouture. Ensuite, broyer le reste, recueillir la mouture, la mélanger soigneusement et effectuer la détermination sans délai.

9 Mode opératoire

9.1 Nombre de déterminations

S'il y a lieu de vérifier si l'exigence de répétabilité (11.2) est satisfaite, effectuer deux déterminations séparées conformément de 9.2 à 9.4.4.

9.2 Prise d'essai

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

9.2.2 Transférer la prise d'essai dans la cartouche d'extraction (6.3) et boucher celle-ci avec un tampon d'ouate (6.3). En cas d'utilisation d'un papier-filtre, emballer la prise d'essai dans ce papier.

9.3 Préséchage

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

En variante au mode opératoire de préséchage décrit ci-dessus, la prise d'essai (9.2.1) peut être mélangée 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 9.2.2 et en 9.4.

9.4 Détermination

9.4.1 Préparation du ballon

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

9.4.2 Première extraction

Placer, dans l'appareillage d'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'appareillage d'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'appareillage d'extraction et la placer dans un courant d'air afin d'éliminer la majeure partie du solvant résiduel.

9.4.3 Seconde extraction

Vider la cartouche dans le microbroyeur (6.2) et broyer aussi finement que possible. Replacer le mélange dans la cartouche et placer celle-ci dans l'appareillage d'extraction. Extraire de nouveau durant 2 h, en utilisant le même 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.

9.4.4 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 à chauffage électrique (6.6) réglée à 103 °C.

Dans le cas des tourteaux riches en acides volatils (par exemple tourteaux de coprah ou palmiste), il convient d'effectuer le séchage de l'extrait à la pression atmosphérique et à une température maximale de 80 °C.

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.

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 second 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 chauffage durant environ 10 min, refroidir et peser, 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, w , exprimée en fraction massique, en pourcentage, du produit tel quel, est égale à

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

où

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai (9.2.1);

m_1 est la masse, en grammes, de l'extrait après séchage (voir 9.4.4).

Exprimer le résultat avec une décimale.

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

$$w_D = w \times \frac{100}{100 - w_M} \%$$

où

w est la fraction massique, d'huile du produit tel quel (calculé selon 10.1);

w_M est la fraction massique, en pourcentage, d'eau et de matières volatiles, déterminé comme spécifié dans l'ISO 771.

11 Fidélité

11.1 Essai interlaboratoires

Les détails des essais interlaboratoires relatifs à la fidélité de la méthode sont résumés dans l'Annexe A. Les valeurs provenant de cet essai interlaboratoires ne peuvent être appliquées aux plages de concentration et aux 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 essai dans le même laboratoire par le même opérateur utilisant le même appareillage et dans un court intervalle de temps, n'excédera la valeur de la limite de répétabilité, r , donnée dans le Tableau 1 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 essai dans des laboratoires différents par des opérateurs différents utilisant des appareillages différents, n'excédera la valeur de la limite de reproductibilité, R , donnée dans le Tableau 1 que dans 5 % des cas au plus.

ISO 734-1:2006
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9e12fda0-3b30-4e4b-8440-4f6ebced2b64/iso-734-1-2006>
 Tableau 1 — Limites de répétabilité et de reproductibilité

Échantillon	Valeur moyenne de la teneur en huile	r	R
	% (fraction massique)	% (fraction massique)	% (fraction massique)
Tourteau de colza	0 à 5	0,3	1,1
Tourteaux de soja et de tournesol	0 à 5	0,2	0,7

12 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit spécifier

- toutes les informations nécessaires à l'identification complète de l'échantillon,
- la méthode d'échantillonnage utilisée, si elle est connue,
- la méthode d'essai utilisée, avec une 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 ou les résultats d'essai,
- le ou les résultats d'essai obtenus, 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.