

---

---

**Céréales, légumineuses et produits  
dérivés — Dosage du taux de cendres par  
incinération**

*Cereals, pulses and by-products — Determination of ash yield by  
incineration*

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

[ISO 2171:2007](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8f635b2f-594c-4789-980b-4dc06410d0bb/iso-2171-2007)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8f635b2f-594c-4789-980b-4dc06410d0bb/iso-2171-2007>



**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 2171:2007](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8f635b2f-594c-4789-980b-4dc06410d0bb/iso-2171-2007)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8f635b2f-594c-4789-980b-4dc06410d0bb/iso-2171-2007>



**DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT**

© ISO 2007

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](mailto:copyright@iso.org)  
Web [www.iso.org](http://www.iso.org)

Publié en Suisse

## Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
1 <b>Domaine d'application</b> .....	1
2 <b>Références normatives</b> .....	1
3 <b>Termes et définitions</b> .....	1
4 <b>Principe</b> .....	2
5 <b>Réactifs</b> .....	2
6 <b>Appareillage</b> .....	2
7 <b>Échantillonnage</b> .....	3
8 <b>Préparation de l'échantillon pour essai</b> .....	3
9 <b>Mode opératoire</b> .....	3
9.1 <b>Détermination de la teneur en eau</b> .....	3
9.2 <b>Préparation des capsules à incinération</b> .....	3
9.3 <b>Préparation de la prise d'essai</b> .....	4
9.4 <b>Préincinération</b> .....	4
9.5 <b>Incinération</b> .....	4
9.6 <b>Nombre de déterminations</b> .....	4
10 <b>Expression des résultats</b> .....	5
11 <b>Fidélité</b> .....	5
11.1 <b>Essais interlaboratoires</b> .....	5
11.2 <b>Répétabilité</b> .....	5
11.3 <b>Reproductibilité</b> .....	6
11.4 <b>Différence critique</b> .....	6
11.5 <b>Incertitude</b> .....	6
12 <b>Rapport d'essai</b> .....	7
<b>Annexe A (informative) Résultats des essais interlaboratoires</b> .....	8
<b>Annexe B (informative) Application pratique des limites de répétabilité et de reproductibilité</b> .....	10
<b>Bibliographie</b> .....	11

## 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 2171 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits alimentaires*, sous-comité SC 4, *Céréales et légumineuses*.

Cette quatrième édition annule et remplace la troisième édition (ISO 2171:1993), qui fait l'objet d'une révision technique.

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8f635b2f-594c-4789-980b-4dc06410d0bb/iso-2171-2007>

# Céréales, légumineuses et produits dérivés — Dosage du taux de cendres par incinération

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de dosage des cendres dans les céréales, les légumineuses et leurs produits de mouture destinés à l'alimentation humaine. Les matériaux et produits sources sont:

- a) les graines de céréales;
- b) les farines et les semoules;
- c) les produits de mouture (sons et produits à forte teneur en son, remoulages);
- d) les farines de céréales composées;
- e) les produits dérivés des céréales autres que les produits de mouture;
- f) les légumineuses et leurs produits dérivés.

La présente Norme internationale n'est applicable ni aux amidons et produits dérivés des amidons (voir l'ISO 3593), ni aux produits destinés à l'alimentation animale (voir l'ISO 5984), ni aux semences.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8f635b2f-594c-4789-980b-4dc06410d0bb/iso-2171-2007>

## 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 712, *Céréales et produits céréaliers — Détermination de la teneur en eau — Méthode de référence pratique*

ISO 6540, *Maïs — Détermination de la teneur en eau (sur grains broyés et sur grains entiers)*

ISO 24557<sup>1)</sup>, *Légumineuses — Détermination de la teneur en eau — Méthode par séchage à l'étuve*

## 3 Termes et définitions

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

### 3.1

#### **cendres**

résidu incombustible obtenu après incinération selon la méthode décrite dans la présente Norme internationale

---

1) À publier.

## 4 Principe

Incinération d'une prise d'essai jusqu'à combustion complète des matières organiques puis pesée du résidu obtenu. Le résidu obtenu est floconneux après incinération à 550 °C et vitrifié après incinération à 900 °C.

De façon générale, les produits contenant des sels (chlorure de sodium, pyrophosphate par exemple) doivent être incinérés à  $(550 \pm 10)$  °C.

Le Tableau 1 ci-dessous résume les températures d'incinération à utiliser en fonction des produits.

**Tableau 1 — Températures d'incinération et type de produits**

Type de produits	Températures d'incinération	
Farines	$(550 \pm 10)$ °C	$(900 \pm 25)$ °C
Semoules	$(550 \pm 10)$ °C	$(900 \pm 25)$ °C
Graines de céréales	$(550 \pm 10)$ °C	$(900 \pm 25)$ °C
Autres produits de mouture (par exemple sons, produits à forte teneur en sons, remoulages)	$(550 \pm 10)$ °C	—
Préparations composées à base de céréales	$(550 \pm 10)$ °C	—
Produits dérivés des céréales autres que les produits de mouture	$(550 \pm 10)$ °C	—
Légumineuses et leurs produits dérivés	$(550 \pm 10)$ °C	—

## 5 Réactifs

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8f635b2f-594c-4789-980b-4dc06410d0bb/iso-2171-2007>  
 ISO 2171:2007  
 (standards.iteh.ai)

Sauf indication contraire, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau distillée ou de l'eau déminéralisée ou de pureté équivalente.

- 5.1 **Acide chlorhydrique**, solution aqueuse, mélange à part égale d'HCl (fraction volumique 35 %) et d'eau.
- 5.2 **Pentoxyde de diphosphore**, purifié ( $P_4O_{10}$ ).
- 5.3 **Éthanol**.

## 6 Appareillage

6.1 **Broyeur**, facile à nettoyer et ayant un espace mort aussi réduit que possible et apte à assurer un broyage rapide et uniforme.

6.2 **Capsule à incinération**, de capacité au moins égale à 20 ml, de forme rectangulaire ou circulaire, à fond plat et ayant une surface utile au moins égale à 12 cm<sup>2</sup>. Des matériaux appropriés inaltérables dans les conditions de température de l'essai sont les suivants:

- a) à 900 °C — platine ou rhodium;
- b) à 550 °C — quartz ou silice.

Dans les deux cas, le matériau utilisé doit permettre de respecter les valeurs de fidélité.

Les capsules doivent être nettoyées par immersion complète pendant au moins 1 h dans une solution aqueuse d'acide chlorhydrique (5.1) puis rincée à l'eau courante et ensuite à l'eau distillée.

Après rinçage, les nacelles en quartz ou en silice doivent être séchées dans une étuve (6.7) à une température et pendant un temps nécessaire à l'élimination de l'eau.

**6.3 Four à moufle électrique**, avec circulation d'air adéquate, comportant un système de réglage de la température et une enceinte réfractaire non susceptible de perdre des particules à la température d'incinération, et pouvant être réglé à  $(900 \pm 25)$  °C ou à  $(550 \pm 10)$  °C.

**6.4 Dessiccateur à robinet**, muni d'une plaque perforée en aluminium ou en porcelaine, et garni de pentoxyde de diphosphore (5.2) comme déshydratant.

**6.5 Balance analytique**, avec une précision de 0,01 mg.

**6.6 Diviseur à rifles ou conique**.

**6.7 Étuve**, pour le séchage des capsules à incinération.

## 7 Échantillonnage

Il est important 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 Norme internationale. Des méthodes d'échantillonnage recommandées sont données dans l'ISO 6644 et dans l'ISO 13690.

## 8 Préparation de l'échantillon pour essai

Pour les graines ou les produits contenant des graines entières, homogénéiser et diviser l'échantillon pour obtenir une quantité représentative et compatible avec le type de broyeur (6.1) utilisé.

Broyer l'échantillon ainsi obtenu.

Les autres produits ne nécessitent pas de broyage.

## 9 Mode opératoire

### 9.1 Détermination de la teneur en eau

Procéder préalablement à la détermination de la teneur en eau de l'échantillon pour essai selon l'ISO 712 pour les céréales autres que le maïs ou l'ISO 6540 dans le cas du maïs ou l'ISO 24557 dans le cas des légumineuses.

Il est recommandé de traiter les légumineuses et leurs dérivées selon l'ISO 712, avec un temps de séchage de 90 min et un préconditionnement si la fraction massique de l'eau est inférieure à 7 % ou supérieure à 13 %.

### 9.2 Préparation des capsules à incinération

Pour les capsules à incinération convenant pour l'essai à 900 °C, (6.2), les porter préalablement nettoyées à la température d'incinération utilisée en les plaçant dans le four à moufle (6.3) pendant 5 min, les laisser refroidir dans le dessiccateur (6.4) puis les peser (6.5) à 0,1 mg près.

Pour les capsules à incinération convenant pour l'essai à 550 °C, les nettoyer et les placer dans une étuve (6.7) durant le temps nécessaire au séchage (par exemple 90 min à 130 °C). Immédiatement avant emploi, sortir les capsules de l'étuve et les laisser refroidir dans un dessiccateur (6.4) puis les peser (6.5) à 0,1 mg près.

### 9.3 Préparation de la prise d'essai

À partir de l'échantillon pour essai préparé selon l'Article 8 et soigneusement homogénéisé, peser (6.5) rapidement à 0,1 mg près une prise d'essai comprise entre 3,9 g et 4,1 g dans le cas d'une incinération à 900 °C et entre 4,9 g et 5,1 g dans le cas d'une incinération à 550 °C.

Dans le cas des produits à faible densité, la prise d'essai peut être comprise entre  $(2 \pm 0,1)$  g et  $(3 \pm 0,1)$  g.

Dans la capsule à incinération préparée et tarée comme décrit en 9.2, répartir le produit, sans le tasser, en une couche uniforme.

### 9.4 Préincinération

Placer la capsule et son contenu à l'entrée du four porté à la température d'incinération.

À 900 °C, les produits s'enflamment spontanément. À 550 °C, il est nécessaire d'ajouter de l'éthanol (5.3) pour les enflammer.

Pour une préincinération à 550 °C, il est permis d'introduire les nacelles dans le four froid et de laisser le four monter en température.

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

### 9.5 Incinération

Attendre que le produit ait fini de brûler puis introduire la capsule à l'intérieur du four.

Fermer la porte du four. <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8f635b2f-594c-4789-980b-4dc06410d0bb/iso-2171-2007>

Poursuivre l'incinération jusqu'à combustion complète de la totalité du produit, y compris des particules charbonneuses contenues dans le résidu, soit 1 h après la remontée du four à 900 °C, et 4 h minimum à 550 °C.

Une fois l'incinération terminée, retirer la capsule du four, et la mettre à refroidir dans le dessiccateur (6.4). Pour maintenir l'efficacité du dessiccateur, ne pas superposer les capsules.

Dès que la capsule a atteint la température ambiante (soit 15 min à 20 min pour les capsules en platine et 60 min à 90 min minimum pour les capsules en quartz ou en silice), peser à 0,1 mg près et rapidement en raison du caractère hygroscopique des cendres.

Dans le cas de l'incinération à 550 °C, des précautions particulières doivent être prises à l'entrée d'air et lors de l'ouverture du dessiccateur pour ne pas entraîner les résidus floconneux.

La validité des résultats obtenus avec cet échantillon doit être vérifiée au regard des pratiques d'autocontrôle du laboratoire (carte de contrôle par exemple).

### 9.6 Nombre de déterminations

Effectuer au moins deux déterminations sur le même échantillon pour essai.



## 10 Expression des résultats

Le taux de cendres, en fraction massique par rapport à la matière sèche exprimé en pourcentage,  $w_{a,d}$ , est donné par l'Équation 1:

$$w_{a,d} = (m_2 - m_1) \times \frac{100}{m_0} \times \frac{100}{100 - w_m} \quad (1)$$

où

$m_0$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai (9.3);

$m_1$  est la masse, en grammes, de la capsule d'incinération (9.2);

$m_2$  est la masse, en grammes, de la capsule d'incinération (9.2) et du résidu d'incinération (9.5);

$w_m$  est la teneur en eau, en pourcentage par masse, de l'échantillon (voir 9.1).

Prendre comme résultat la moyenne arithmétique des deux déterminations si les conditions de répétabilité (voir 11.1) sont remplies.

Exprimer le résultat à 0,01 % (par masse) près.

Si besoin est, le taux de cendre, en fraction massique par rapport à la matière humide exprimé en pourcentage,  $w_{a,w}$ , est donné par l'Équation (2):

$$w_{a,w} = (m_2 - m_1) \times \frac{100}{m_0} \quad (2)$$

(standards.itech.ai)  
ISO 2171:2007  
<https://standards.itech.ai/catalog/standards/sist/8f635b2f-594c-4789-980b-4dc06410d0bb/iso-2171-2007>

## 11 Fidélité

### 11.1 Essais interlaboratoires

Les valeurs des limites de répétabilité et de reproductibilité, et les valeurs des différences critiques proviennent des résultats d'essais interlaboratoires conduits selon l'ISO 5725-1, l'ISO 5725-2 et l'ISO 5725-6. Les détails sont résumés dans l'Annexe A.

Les valeurs obtenues lors de ces essais interlaboratoires peuvent ne pas s'appliquer à des plages de teneurs et à des 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 et dans un court intervalle de temps, ne dépassera pas, dans plus de 5 % des cas:

$$r = 2,8 \times s_r \quad (3)$$

$$r = 2,8 \times 0,009 = 0,025 \quad \text{pour } 0,49 \% < w_{a,d} \leq 1,00 \% \quad (4)$$

$$r = 2,8 \times 0,012 = 0,034 \quad \text{pour } 1,00 \% < w_{a,d} \leq 2,53 \% \quad (5)$$

où  $s_r$  est l'écart-type de répétabilité