
**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 659:2009

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1791b17e-faf4-4fd-80d7-e7df879be007/iso-659-2009>



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 659:2009

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1791b17e-faf4-4fd-80d7-e7df879be007/iso-659-2009>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2009

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

Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principe	2
5 Réactif	2
6 Appareillage	2
7 Échantillonnage	3
8 Préparation de l'échantillon pour essai	3
8.1 Réduction de l'échantillon pour laboratoire	3
8.2 Préséchage	3
8.3 Échantillon pour essai	4
9 Mode opératoire	6
9.1 Généralités	6
9.2 Prise d'essai	6
9.3 Détermination	6
9.4 «Teneur en huile» des impuretés	7
10 Expression des résultats	8
10.1 Méthode de calcul	8
11 Fidélité	10
11.1 Programme d'essais interlaboratoires	10
11.2 Répétabilité	10
11.3 Reproductibilité	10
12 Rapport d'essai	10
Annexe A (informative) Résultats des essais interlaboratoires réalisés pour la détermination de la teneur en huile	12
Bibliographie	13

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 659 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 quatrième édition annule et remplace la troisième édition¹⁾ (ISO 659:1998) qui a fait l'objet d'une révision technique. La principale modification réside dans l'incorporation d'un paragraphe supplémentaire (paragraphe 8.3.5) relatif à la préparation de l'échantillon pour essai dans le cas des graines de tournesol. Ce mode opératoire pour les graines de tournesol inclut une étape supplémentaire, c'est-à-dire le mesurage de la teneur en eau après broyage des graines. Cette étape est nécessaire pour corriger la perte en eau provoquée par l'échauffement des graines se produisant au cours du broyage du fait de la nature physique particulière des graines de tournesol.

1) Il convient que les utilisateurs notent que la couverture et l'avant-propos de l'ISO 659:1998 indiquent de façon erronée qu'il s'agit de la deuxième édition, alors qu'il s'agit en fait de la troisième édition.

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. Le mode opératoire utilisé pour les graines de tournesol est différent de celui utilisé pour les autres graines car il inclut une étape supplémentaire pour la détermination de la teneur en eau après la préparation de l'échantillon pour essai par broyage des graines.

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

Si nécessaire, les graines pures et les impuretés (voir 9.4) peuvent être analysées séparément. Dans le cas de l'arachide (voir 10.1.6), les graines pures, les poussières totales et les impuretés non oléagineuses et oléagineuses peuvent être analysées séparément.

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

ISO 664, *Graines oléagineuses — Réduction de l'échantillon pour laboratoire en échantillon pour essai*

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

3 Termes et définitions

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

3.1

extrait à l'hexane «teneur en huile»

totalité des substances extraite 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

L'huile est extraite d'une prise d'essai, dans un appareil approprié, avec de l'hexane ou de l'éther de pétrole. Le solvant est éliminé de l'extrait et l'extrait est pesé. En raison de la diversité des graines, le mode opératoire peut varier quelque peu pour différentes graines.

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, avec un indice de brome inférieur à 1. Le résidu à évaporation complète doit être inférieur à 2 mg pour 100 ml.

6 Appareillage

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

6.1 Balance analytique, d'une précision de $\pm 0,001$ g.

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 la teneur en eau, en matières volatiles et en huile.

NOTE Les broyeurs suivants ont donné des résultats satisfaisants:

- le broyeur de laboratoire Christy & Norris 8ⁿ 2) 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); <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1791b17e-faf4-4fd-80d7-e7df879be007/iso-659-2009>
- le broyeur ultra centrifuge Retsch ZM 200 2) muni d'un tamis à 1 mm pour les graines de tournesol ou 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.

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 . Les moulins à café ou les broyeurs mécaniques analogues qui ont une action coupante ne doivent pas être utilisés comme microbroyeurs.

NOTE Un broyeur à billes constitué d'un tube en acier inoxydable d'une capacité d'environ 120 ml, muni d'une charge de billes d'acier de 1 cm, 2 cm et 3 cm de diamètre (pesant environ 7 g, 30 g et 130 g), en fonction de l'échantillon à broyer, et permettant une agitation extrêmement rapide, a donné des résultats satisfaisants.

Si le microbroyeur et sa fermeture sont conçus pour une utilisation avec des solvants, une petite quantité (environ 20 ml) de solvant peut être ajoutée au tambour afin d'augmenter la vitesse d'extraction.

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

2) Exemples de produits appropriés disponibles sur le marché. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente Norme internationale et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif des produits ainsi désignés.

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

Les extracteurs directs du type Butt, Smalley or Bolton-Williams sont préférés pour des raisons de sécurité, et se sont révélés plus efficaces pour l'extraction.

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 confirmer l'aptitude à l'emploi de l'appareil. En cas d'utilisation d'un extracteur à siphonnage de type Soxhlet, il convient d'utiliser, pour des raisons de sécurité, un ballon d'une capacité de 250 ml et le volume de solvant utilisé doit être d'au moins 150 ml. Cela devrait empêcher l'ébullition rapide lors du siphonnage qui pourrait occasionner la perte de solvant et/ou d'une partie de la prise d'essai.

6.6 Pierre ponce, en petits grains, ou autres régulateurs d'ébullition, préalablement séchés dans une étuve à (130 ± 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 de gaz inerte).

ATTENTION — Il convient de procéder à cette opération sous une hotte aspirante.

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

6.9 Étuve à chauffage électrique, thermorégulée, pouvant être maintenue à une température de (103 ± 2) °C. L'étuve doit pouvoir être utilisée soit à la pression atmosphérique, soit à une pression réduite (voir 9.3.3).

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

6.11 Étuve à chauffage électrique, pouvant être maintenue à une température de (130 ± 2) °C (dans le cas de graines de coton, voir 8.3.6).

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

7 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.

Il est important que le laboratoire reçoive un échantillon réellement 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 de l'échantillon pour laboratoire

Préparer l'échantillon pour essai conformément à l'ISO 664. Si, avant la réduction de l'échantillon pour laboratoire, des gros corps étrangers non oléagineux ont été séparés, en tenir compte dans les calculs (voir 10.1.5). En fonction des exigences du contrat ou des instructions, prendre l'échantillon tel quel ou après séparation des impuretés.

8.2 Préséchage

8.2.1 La teneur en eau de la prise d'essai (voir 9.2) doit être inférieure à une fraction massique de 10 %, au démarrage de l'extraction de l'huile (voir 9.3).

NOTE Le non-respect de cette exigence peut conduire à des résultats erronés et invalider l'analyse.

Effectuer un contrôle rapide pour évaluer la teneur en eau de l'échantillon pour laboratoire (voir 8.1). Si la fraction massique d'eau est supérieure à 10 %, la réduire à moins de 10 % en séchant l'échantillon pour essai (voir 8.1) dans un récipient placé dans une étuve maintenue 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 essai partiellement séché ainsi que de l'échantillon d'origine conformément à la méthode décrite dans l'ISO 665 et en tenir compte dans le calcul final (voir 10.1.8).

8.3 Échantillon pour essai

8.3.1 Remarques préliminaires

Il est primordial d'effectuer les extractions d'huile dans les 30 min qui suivent le broyage, surtout si la teneur en acide gras libre dans l'huile extraite doit être déterminée.

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

NOTE Dans le texte qui suit, 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, les coques et la poussière doivent être séparées quantitativement des noix.

La coque est dure et difficile à broyer. Il est quasiment impossible d'obtenir un échantillon homogène si les noix et les impuretés sont broyées ensemble. Si la teneur en huile de tout l'échantillon tel quel doit être déterminée, analyser les noix et les impuretés (coque et poussière) séparément et calculer la teneur en huile (voir 10.1.3).

Préparer l'échantillon pour essai en broyant séparément 600 g de noix bien mélangées, puis toutes les poussières et coques séparées lors de la détermination quantitative des impuretés effectuée conformément à méthode décrite dans l'ISO 658.

Les techniques de broyage suivantes ont donné des résultats satisfaisants:

- pour des noix pures: un broyeur mécanique (6.2) muni d'un crible à barreaux de 6 mm;
- pour des coques et des poussières: 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)

Congeler tout l'échantillon avant de le broyer dans le broyeur mécanique (6.2).

Un broyeur mécanique 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 apparition de condensation d'eau sur les graines pendant et après le broyage.

8.3.4 Grosses graines et graines de grosseur moyenne (illipé, karité, arachide, soja, etc., à l'exception des graines de tournesol et 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, l'homogénéiser avec soin, et effectuer la détermination sans délai.

Les techniques de broyage suivantes ont donné des résultats satisfaisants:

- pour le soja: un broyeur mécanique muni d'une plaque perforée de trous de 0,8 mm ou muni d'un tamis de 1 mm;
- pour les arachides: un broyeur mécanique muni d'un crible à barreaux de 3 mm (pour les échantillons contenant une fraction massique supérieure à environ 45 % d'huile, veiller à éviter autant que possible la formation d'une masse pâteuse);
- pour les autres graines: un broyeur mécanique muni d'un crible à barreaux de 6 mm.

Le broyage des graines très oléagineuses peut souvent être amélioré en congelant au préalable les graines à une température comprise entre $-10\text{ }^{\circ}\text{C}$ et $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$, mais le plus grand soin doit être pris pour éviter la condensation d'eau sur les graines pendant et après broyage.

8.3.5 Graines de tournesol

Déterminer la teneur en eau et en matières volatiles des graines de tournesol (telles quelles) sur la graine entière conformément à l'ISO 665, en veillant à respecter rigoureusement les périodes de séchage indiquées dans la méthode spécifiée dans l'ISO 665. Enregistrer le résultat de cette détermination de la teneur en eau et en matières volatiles (U_1).

Broyer l'échantillon pour essai dans un broyeur mécanique (6.2). Pendant le broyage, le broyeur doit être alimenté lentement avec les graines de tournesol afin d'éviter la formation d'une pâte. Un broyeur mécanique muni d'un tamis de 1 mm a donné des résultats satisfaisants. Si un broyeur à tamis n'est pas utilisé, passer le matériau à travers un tamis de dimension d'ouverture 2 mm et broyer à nouveau le refus jusqu'à l'obtention de particules ayant au plus 2 mm dans leur plus grande dimension. Recueillir le tamisat en entier, bien homogénéiser et déterminer, sans délai, la teneur en eau et en matières volatiles conformément à l'ISO 665, en veillant à respecter rigoureusement les périodes de séchage indiquées dans l'ISO 665.

ISO 659:2009

Enregistrer le résultat de la détermination de la teneur en eau et en matières volatiles sur les graines broyées (U_2) et procéder à l'extraction d'huile sur les graines broyées comme spécifié à l'Article 9.

8.3.6 Graines de coton

Peser, à 1 mg près, dans un vase métallique (6.12) 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 le laisser refroidir à l'air durant environ 30 min. Transférer toute la prise d'essai dans un broyeur (6.2) et moulin pour casser les graines et les linters. Transférer la mouture dans une cartouche à extraction (6.4) puis effectuer la détermination.

8.3.7 Petites graines (lin, colza, etc.)

Prélever dans l'échantillon tel quel une prise d'essai représentative de 100 g environ et la broyer dans un broyeur mécanique (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 incorporées 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 pour essai broyé.

La durée et la vitesse de 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 une fraction massique d'au moins 95 % doit passer à travers un tamis d'ouvertures 1 mm.

Si l'huile des graines exemptes d'impuretés doit être recueillie, éliminer les impuretés selon la méthode décrite 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.