
**Céréales et produits céréaliers —
Détermination de la teneur en eau —
Méthode de référence**

*Cereals and cereal products — Determination of moisture content —
Reference method*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 712:2009](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/114e56aa-6bf8-460c-a7af-4263d511993f/iso-712-2009)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/114e56aa-6bf8-460c-a7af-4263d511993f/iso-712-2009>



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 712:2009

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/114e56aa-6bf8-460c-a7af-4263d511993f/iso-712-2009>



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 Termes et définitions	1
3 Principe	1
4 Appareillage	1
5 Échantillonnage	2
6 Préparation de l'échantillon pour essai	2
6.1 Produits ne nécessitant pas de broyage	2
6.2 Produits nécessitant un broyage	3
6.2.1 Généralités	3
6.2.2 Broyage sans conditionnement préalable	3
6.2.3 Broyage avec conditionnement préalable	3
7 Mode opératoire	3
7.1 Nombre de déterminations	3
7.2 Prise d'essai	4
7.3 Séchage	4
7.4 Pesée	4
8 Expression des résultats	4
8.1 Sans conditionnement préalable	4
8.2 Avec conditionnement préalable	5
9 Fidélité	5
9.1 Essai interlaboratoires	5
9.2 Répétabilité	5
9.3 Reproductibilité	5
9.4 Comparaison de deux groupes de mesurages dans un laboratoire	5
9.5 Comparaison de deux groupes de mesurages dans deux laboratoires	6
9.6 Incertitude	6
10 Rapport d'essai	6
Annexe A (informative) Résultats de l'essai interlaboratoires	7
Annexe B (informative) Céréales et produits céréaliers — Détermination de la teneur en eau — Méthode de référence fondamentale	9
Bibliographie	17

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 712 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 712:1998), qui a fait l'objet d'une révision technique.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/114e56aa-6bf8-460c-a7af-4263d511993f/iso-712-2009>

Céréales et produits céréaliers — Détermination de la teneur en eau — Méthode de référence

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de référence pratique pour la détermination de la teneur en eau des céréales et des produits céréaliers.

La présente Norme internationale est applicable aux produits suivants: blé, riz (paddy, décortiqué et usiné), orge, millet (*Panicum miliaceum*), seigle, avoine, triticale, sorgho, à l'état de grains, grains broyés, semoule ou farine.

La méthode n'est applicable ni au maïs ni aux légumineuses.

NOTE Pour la détermination de la teneur en eau du maïs, voir l'ISO 6540^[5], et pour les légumineuses, voir l'ISO 24557^[7].

2 Termes et définitions

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

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

2.1

teneur en eau

perte de masse subie par le produit dans les conditions spécifiées dans la présente Norme internationale

ISO 712:2009

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/114e56aa-6bf8-460c-a7af-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/114e56aa-6bf8-460c-a7af-4263d511993f/iso-712-2009)

[4263d511993f/iso-712-2009](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/114e56aa-6bf8-460c-a7af-4263d511993f/iso-712-2009)

NOTE La teneur en eau est exprimée en pourcentage.

3 Principe

Broyage éventuel d'un échantillon après conditionnement, si nécessaire. Séchage d'une prise d'essai à une température entre 130 °C et 133 °C, dans des conditions permettant d'obtenir un résultat concordant avec celui qui est obtenu par la méthode de référence fondamentale décrite en Annexe B.

4 Appareillage

4.1 Balance analytique, capable de peser avec une précision de $\pm 0,001$ g.

4.2 Broyeur, ayant les caractéristiques suivantes:

- a) construit en matériau n'absorbant pas l'humidité;
- b) facile à nettoyer et présentant un espace mort minimal;
- c) permettant un broyage rapide et uniforme, sans provoquer d'échauffement sensible (différence de températures avant et après broyage au plus égale à 5 °C);

NOTE Un broyeur équipé d'un système de refroidissement peut satisfaire à cette exigence.

- d) étanche à l'air pour éviter les échanges d'eau entre l'échantillon et l'air extérieur;
- e) pouvant être réglé de façon à obtenir des particules de dimensions indiquées dans le Tableau 1.

4.3 Capsule métallique, non attaquable dans les conditions de l'essai, ou **capsule en verre**, munie d'un couvercle et de surface utile permettant d'obtenir une répartition de la prise d'essai d'au maximum 0,3 g/cm².

4.4 Étuve isotherme, à chauffage électrique, réglable de façon que la température de l'air et des plateaux porte-échantillons, au voisinage des prises d'essai, soit maintenue entre 130 °C et 133 °C en régime normal.

L'étuve doit avoir une capacité calorifique telle que, réglée préalablement à une température de 131 °C, elle puisse atteindre à nouveau cette température, moins de 30 min après la mise en place du nombre maximal de prises d'essai pouvant sécher simultanément.

L'efficacité de la ventilation doit être déterminée à l'aide d'une semoule de blé dur, ayant une dimension maximale de particules de 1 mm, comme matériau d'essai. La ventilation doit être telle qu'après insertion du nombre maximal de prises d'essai que l'étuve peut recevoir et séchage à une température de 130 °C à 133 °C, les résultats, après des périodes de chauffage des mêmes prises d'essai pendant 2 h puis ensuite 1 h supplémentaire, ne présentent pas entre eux d'écart supérieur à 0,15 g d'eau pour 100 g d'échantillon.

4.5 Dessiccateur, contenant un agent déshydratant efficace.

5 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 24333^[6].

Il convient que le laboratoire reçoive, dans un emballage étanche, un échantillon réellement représentatif, non endommagé ou modifié lors du transport et de l'entreposage.

DRAFT STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

6 Préparation de l'échantillon pour essai

ISO 712:2009

6.1 Produits ne nécessitant pas de broyage

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/114e56aa-6bf8-460c-a7af-4265d511993f/iso-712-2009>

Les produits dont les caractéristiques granulométriques correspondent à celles indiquées dans le Tableau 1 n'ont pas besoin d'être broyés avant la détermination.

Bien homogénéiser l'échantillon pour laboratoire avant de prélever la prise d'essai (7.2).

Tableau 1 — Dimensions de particules des produits ne nécessitant pas de broyage

Dimension de particules mm	Proportion %
≤ 1,7 (1,8) ^a	100
> 1,0 (1,0) ^b	≤ 10
< 0,5 (0,56) ^a	≥ 50

^a Dimension nominale des ouvertures, ISO 3310-1^[1], à laquelle *pass*e cette dimension de particule.

^b Dimension nominale des ouvertures, ISO 3310-1^[1], à laquelle cette dimension de particule est *retenue*.

6.2 Produits nécessitant un broyage

6.2.1 Généralités

Dans le cas de produits ne correspondant pas aux caractéristiques granulométriques mentionnées dans le Tableau 1, il est nécessaire de les broyer sans conditionnement préalable (6.2.2), ou avec conditionnement préalable (6.2.3), selon le cas.

6.2.2 Broyage sans conditionnement préalable

Pour les produits qui ne risquent pas de subir des variations de teneur en eau au cours du broyage (en général lorsque la teneur en eau est comprise entre 9 % et 15 %), effectuer le broyage sans conditionnement préalable.

NOTE La zone de teneurs en eau, indiquée pour le conditionnement des produits avant broyage, correspond approximativement dans le laboratoire à une température de 20 °C et une humidité relative de 40 % à 70 %.

Régler le broyeur (4.2) pour obtenir des particules ayant les dimensions indiquées dans le Tableau 1.

Broyer ensuite rapidement une quantité de l'échantillon pour laboratoire, selon l'appareil utilisé et au moins légèrement supérieure à celle qui est prévue pour la prise d'essai (environ 5 g), et opérer immédiatement conformément à 7.2.

6.2.3 Broyage avec conditionnement préalable

Les produits risquant de subir des variations de teneur en eau au cours du broyage (en général lorsque la teneur en eau est supérieure à 15 % ou inférieure à 9 %) doivent être préalablement conditionnés de façon à amener leur teneur en eau entre 9 % et 15 % avant le broyage.

Si la teneur en eau est supérieure à 15 % (cas le plus fréquent), peser, à 0,001 g près, une quantité de l'échantillon pour laboratoire suffisante pour obtenir une prise d'essai légèrement supérieure à 5 g (voir 6.2.2). Noter m'_2 la masse de la prise d'essai avant conditionnement préalable avec la capsule. Effectuer un préséchage conformément à 7.3, excepté que le séjour à l'étuve (4.4) doit être de 7 min à 10 min et que le refroidissement du produit à la température du laboratoire doit se faire dans la capsule (4.3) ouverte, sans dessiccateur, durant au moins 2 h.

NOTE Ces durées peuvent ne pas convenir à tous les produits, par exemple le riz paddy.

Si la teneur en eau est inférieure à 9 %, peser à 0,001 g près, une quantité de l'échantillon pour laboratoire suffisante pour obtenir une prise d'essai légèrement supérieure à 5 g (voir 6.2.2). Noter m'_2 la masse de la prise d'essai avant conditionnement préalable avec la capsule. Placer dans une atmosphère convenable (en général celle du laboratoire) et laisser séjourner jusqu'à l'obtention d'une teneur en eau comprise dans les limites indiquées précédemment.

Après conditionnement, peser l'échantillon à 0,001 g près. Noter m'_3 la masse de la prise d'essai après conditionnement préalable avec la capsule. Broyer immédiatement, le broyeur étant réglé pour obtenir des particules ayant les dimensions indiquées dans le Tableau 1, et opérer immédiatement conformément à 6.2.2.

7 Mode opératoire

7.1 Nombre de déterminations

Effectuer deux déterminations séparées sur deux prises d'essai prélevées à partir de l'échantillon pour laboratoire conformément à 7.2 et 7.3. Si la différence absolue entre les deux résultats est supérieure à la limite de répétabilité indiquée à l'Article 9, répéter la détermination jusqu'à ce que les exigences soient satisfaites.

7.2 Prise d'essai

Peser rapidement, à 0,001 g près, $5\text{ g} \pm 1\text{ g}$ de l'échantillon pour laboratoire (6.2.2 ou 6.2.3) dans la capsule (4.3). Noter m'_0 la masse de la prise d'essai non séchée avec la capsule. Sécher et tarer préalablement la capsule, couvercle compris, à 0,001 g près, et enregistrer la masse, m_d .

7.3 Séchage

Introduire la capsule ouverte contenant la prise d'essai (7.2), et son couvercle, dans l'étuve (4.4) et les laisser pendant $120\text{ min} \pm 5\text{ min}$ (90 min dans le cas des farines).

Dans certains cas, et notamment dans les pays chauds et secs, le temps de séchage peut être réduit à $60\text{ min} \pm 5\text{ min}$, ce temps étant suffisant pour que les prises d'essai atteignent une masse constante. Vérifier ces durées périodiquement.

Ne pas ouvrir la porte de l'étuve durant le séchage ni introduire de nouvelles prises d'essai humides avant de retirer les prises d'essai sèches, car cela aurait pour conséquence de réhydrater partiellement ces dernières.

À la fin de la période de séchage, retirer la capsule en opérant rapidement, la couvrir et la placer dans le dessiccateur (4.5). Dans le cas d'essais en série, ne jamais superposer les capsules dans le dessiccateur, mais les disposer toujours côte à côte.

7.4 Pesée

Dès que la capsule est refroidie à la température du laboratoire (en général entre 30 min et 45 min après la mise en place dans le dessiccateur), la peser à 0,001 g près. Noter m'_1 la masse de la prise d'essai séchée avec la capsule.

8 Expression des résultats

8.1 Sans conditionnement préalable

La teneur en eau, $w_{\text{H}_2\text{O}}$, exprimée en grammes pour 100 g du produit tel quel, est donnée par:

$$w_{\text{H}_2\text{O}} = \left(1 - \frac{m_1}{m_0} \right) \times 100$$

où

$m_0 = m'_0 - m_d$ est la masse, en grammes, de la prise d'essai (7.2);

$m_1 = m'_1 - m_d$ est la masse, en grammes, de la prise d'essai après séchage (7.4).

Calculer la moyenne arithmétique de deux résultats répondant aux conditions de répétabilité (voir 9.2). Exprimer le résultat avec deux décimales.

8.2 Avec conditionnement préalable

La teneur en eau, $w_{\text{H}_2\text{O}}$, exprimée en grammes pour 100 g du produit tel quel, est donnée par:

$$w_{\text{H}_2\text{O}} = \left[(m_0 - m_1) \frac{m_3}{m_0} + m_2 - m_3 \right] \times \frac{100}{m_2} = \left(1 - \frac{m_1 m_3}{m_0 m_2} \right) \times 100$$

où

$m_2 = m'_2 - m_d$ est la masse, en grammes, de l'échantillon prélevé avant conditionnement (6.2.3);

$m_3 = m'_3 - m_d$ est la masse, en grammes, de l'échantillon après conditionnement (6.2.3).

Calculer la moyenne arithmétique de deux résultats répondant aux conditions de répétabilité (voir 9.2). Exprimer le résultat avec deux décimales.

9 Fidélité

9.1 Essai interlaboratoires

Les détails d'un essai interlaboratoires relatif à la fidélité de la méthode sont résumés dans l'Annexe A. Les valeurs provenant de cet essai interlaboratoires ne peuvent être appliquées qu'aux plages de teneurs en eau de 10 % à 18 % ainsi qu'aux matrices étudiées.

9.2 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, ne doit dépasser que dans 5 % au plus des cas la limite de répétabilité

$$r = 2,77 s_r$$

$$r = 2,77 \times 0,043 = 0,12$$

pour des produits dont la teneur en eau est comprise entre 10,00 % et 18,00 % (voir Tableau A.1 et Figure A.1).

9.3 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, ne doit dépasser que dans 5 % au plus des cas la limite de reproductibilité

$$R = 2,77 s_R$$

$$R = 2,77 \times 0,1614 = 0,45$$

pour des produits dont la teneur en eau est comprise entre 10,00 % et 18,00 % (voir Tableau A.1 et Figure A.1).

9.4 Comparaison de deux groupes de mesurages dans un laboratoire

La différence critique (CD) est l'écart entre deux valeurs moyennées obtenues à partir de deux résultats d'essai dans les conditions de répétabilité. Le résultat étant la moyenne de deux valeurs (voir 6.1), la comparaison des deux teneurs en eau doit être faite en utilisant la différence critique.

La différence critique entre deux valeurs moyennées obtenues à partir de deux résultats d'essai dans les conditions de répétabilité est donnée par:

$$2,8 s_r \sqrt{\frac{1}{2n_1} + \frac{1}{2n_2}} = 2,8 s_r \sqrt{\frac{1}{2}} = 1,98 s_r = 0,09 \approx 0,1$$

où

s_r est l'écart-type de répétabilité;

n_1 et n_2 sont le nombre de résultats d'essai correspondant à chacune des valeurs moyennées.

9.5 Comparaison de deux groupes de mesurages dans deux laboratoires

La différence critique entre deux valeurs moyennées obtenues dans deux laboratoires différents à partir de deux résultats d'essai dans les conditions de répétabilité est donnée par:

$$2,8 \sqrt{s_R^2 - s_r^2 \left(1 - \frac{1}{2n_1} - \frac{1}{2n_2}\right)} = 2,8 \sqrt{s_R^2 - 0,5 s_r^2} = 0,51 \approx 0,5$$

où

s_r est l'écart-type de répétabilité;

s_R est l'écart-type de reproductibilité;

n_1 et n_2 sont le nombre de résultats d'essai correspondant à chacune des valeurs moyennées.

iteh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 712:2009](#)

9.6 Incertitude

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/114e56aa-6bf8-460c-a7af-4263d511993f/iso-712-2009>

L'incertitude, U_e , est un paramètre caractérisant la dispersion des valeurs qui peuvent raisonnablement être attribuées au résultat. Cette incertitude est établie par la distribution statistique des résultats donnés par l'essai interlaboratoires et caractérisée par l'écart-type expérimental

$$U_e = \pm 2 s_R = \pm 0,30$$

où s_R est l'écart-type de reproductibilité.

10 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir au moins les informations suivantes:

- a) tous les renseignements nécessaires à l'identification complète de l'échantillon;
- b) la méthode d'échantillonnage, si elle est connue;
- c) la méthode utilisée, avec référence à la présente Norme internationale;
- d) le(s) résultat(s) d'essai obtenu(s);
- e) si la répétabilité a été vérifiée, le résultat final obtenu;
- f) tous les détails opératoires non spécifiés dans la présente Norme internationale, ou considérés comme facultatifs, ainsi que les incidents éventuels susceptibles d'avoir influencé le(s) résultat(s) d'essai.

Annexe A (informative)

Résultats de l'essai interlaboratoires

La répétabilité, la reproductibilité et la différence critique de la méthode ont été établies par un essai interlaboratoires réalisé selon les exigences de l'ISO 5725-1^[2], de l'ISO 5725-2^[3] et de l'ISO 5725-6^[4].

Dix-neuf laboratoires ont participé à cet essai. Sept produits ont été analysés.

Les résultats statistiques de l'étude sont présentés dans le Tableau A.1 et à la Figure A.1.

Tableau A.1 — Résultats statistiques de l'essai interlaboratoires

Paramètres	Produits							Moyenne générale
	Semoule	Blé tendre 1	Orge	Riz	Blé dur 1	Blé dur 2	Blé tendre 2	
Nombre de laboratoires après élimination des aberrants	17	18	18	17	18	14	14	
Valeur moyenne, \bar{w}_{H_2O} , g/100 g	10,50	11,91	12,67	14,17	14,59	16,92	17,87	
Écart-type de répétabilité, s_r	0,03	0,05	0,04	0,04	0,03	0,06	0,05	0,04
Coefficient de variation de répétabilité, $C_{V,r} (s_r/\bar{w}_{H_2O})$, %	0,29	0,42	0,32	0,28	0,21	0,35	0,28	
Limite de répétabilité, $r (2,77 s_r)$	0,08	0,14	0,11	0,11	0,08	0,17	0,14	
Écart-type de reproductibilité, s_R	0,13	0,13	0,17	0,16	0,21	0,19	0,14	0,16
Coefficient de variation de reproductibilité $C_{V,R} (s_R/\bar{w}_{H_2O})$, %	1,24	1,09	1,34	1,13	1,44	1,12	0,78	
Limite de reproductibilité, $R (2,77 s_R)$	0,36	0,36	0,47	0,44	0,58	0,53	0,39	