
NORME INTERNATIONALE



605

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION • МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ • ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

Légumineuses — Méthodes d'examen

Pulses — Methods of test

Première édition — 1977-11-01

CDU 635.65 : 620.1

Réf. n° : ISO 605-1977 (F)

Descripteurs : produit alimentaire, légumineuse en grain, essai chimique, examen visuel, contrôle d'odeur, contamination, impureté.

Prix basé sur 4 pages

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 confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique correspondant. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO, participent également aux travaux.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes internationales par le Conseil de l'ISO.

La Norme internationale ISO 605 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits agricoles alimentaires*.

Elle fut soumise directement au Conseil de l'ISO, conformément au paragraphe 6.12.1 des Directives pour les travaux techniques de l'ISO. Elle annule et remplace la Recommandation ISO/R 605-1967, qui avait été approuvée par les comités membres des pays suivants :

Allemagne	France	Roumanie
Australie	Grèce	Royaume-Uni
Canada	Hongrie	Suisse
Chili	Inde	Tchécoslovaquie
Corée, Rép. de	Iran	Turquie
Danemark	Israël	U.R.S.S.
Égypte, Rép. arabe d'	Nouvelle-Zélande	
Espagne	Pologne	

Le comité membre du pays suivant l'avait désapprouvée pour des raisons techniques :

Pays-Bas

Légumineuses — Méthodes d'examen

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme internationale spécifie des méthodes d'examen des graines de légumineuses non transformées et destinées à l'alimentation humaine ou animale.

2 RÉFÉRENCES

ISO 520, *Céréales et légumineuses — Détermination de la masse de 1 000 grains.*

ISO 951, *Légumineuses — Échantillonnage.*¹⁾

ISO 1162, *Céréales et légumineuses — Méthode de détection de l'infestation au moyen des rayons X.*

ISO 2164, *Légumineuses — Dosage des hétérosides cyanogénétiques.*

3 ESTIMATION DES IMPURETÉS

3.1 Préparation de l'échantillon pour essai

Bien mélanger l'échantillon pour laboratoire obtenu conformément à l'ISO 951.

3.2 Prise d'essai

Réduire éventuellement l'échantillon pour essai (3.1) au moyen d'un appareil diviseur automatique ou à la main, jusqu'à l'obtention de la prise d'essai.

La masse minimale de la prise d'essai, pour une détermination, doit être de 200 g, à l'exception du pois du Cap (*Phaseolus lunatus* L.) et de la fève (*Vicia faba* L.) pour lesquels elle doit être de 300 g.

Dans le cas de très faibles teneurs en impuretés, il peut être nécessaire d'augmenter sensiblement la prise d'essai.

3.3 Séparation

Répartir la prise d'essai (3.2) en groupes de constituants définis ci-après, afin de se renseigner à propos de l'utilisation appropriée du lot.

En général, on sépare la prise d'essai en cinq groupes, de la façon suivante :

- a) graines typiques de l'espèce et de la variété (voir 3.3.1);
- b) graines typiques de l'espèce, mais d'une autre variété (voir 3.3.2);
- c) graines défectueuses appartenant à la même espèce (voir 3.3.3);
- d) impuretés organiques (voir 3.3.4);
- e) impuretés non organiques (voir 3.3.5).

3.3.1 Graines typiques de l'espèce et de la variété

Ce groupe comprend toutes les graines typiques non endommagées, saines, celles qui ont un tégument brisé ou endommagé, celles qui présentent une légère attaque d'insectes, ainsi que les fragments de graines typiques dont la taille est supérieure à la moitié de la taille initiale des graines.

Ce groupe peut être subdivisé si on le désire.

3.3.2 Graines typiques de l'espèce, mais d'une autre variété

Ce groupe comprend les variétés de graines qui diffèrent entre elles de manière significative par la forme, la taille, la couleur ou l'aspect.

1) En préparation. (Révision de l'ISO/R 951-1969.)

3.3.3 Graines défectueuses appartenant à la même espèce

Ce groupe comprend les graines brisées, rongées et endommagées dont la taille est inférieure ou égale à la moitié de la taille initiale, celles qui sont visiblement endommagées par les insectes, desséchées, pas encore mûres, les graines aux germes développés, les graines moisies, pourries et malsaines.

3.3.4 Impuretés organiques

Ce groupe comprend les téguments, les parties de tiges, de gousses, de feuilles, etc., les graines d'autres plantes cultivées et les graines de mauvaises herbes.

3.3.5 Impuretés non organiques

Ce groupe comprend la terre, le sable, la poussière, les pierres, etc.

3.4 Expression des résultats

Noter la quantité de matière dans chacun des groupes (3.3.1 à 3.3.5), en pourcentage en masse de la prise d'essai.

4 DÉTERMINATION DU CALIBRE (des graines de légumineuses destinées à l'alimentation humaine)

4.1 Calibrage

Effectuer la détermination du calibre sur les graines comprises dans les groupes définis en 3.3.1 et 3.3.2.

Opérer en utilisant, suivant l'espèce de légumineuses, soit des tamis à trous ronds (par exemple pour les pois, les lentilles), soit des cribles à fentes longitudinales appropriées (par exemple pour les haricots).

Peser la quantité passant au tamis ayant les plus petits trous, ainsi que les quantités restant sur chacun des tamis utilisés.

4.2 Expression des résultats

Noter la quantité de légumineuse

- a) retenue par le tamis ayant les plus grands trous;
- b) dans chaque granulométrie définie par les dimensions supérieures et inférieures d'ouverture de maille;
- c) passant au tamis ayant les plus petits trous.

Exprimer chacune de ces quantités en pourcentage en masse de la prise d'essai.

5 DÉTERMINATION DE LA MASSE DE 1 000 GRAINES

Effectuer la détermination comme spécifié dans l'ISO 520.

6 RECHERCHE DES ODEURS ÉTRANGÈRES

6.1 Effectuer cette recherche aussitôt que possible après

l'échantillonnage, soit sur le produit tel quel, soit après l'avoir broyé.

6.2 Étaler l'échantillon reçu et le sentir. Si aucune odeur étrangère ne se manifeste de manière intense, remettre l'échantillon dans l'emballage; le fermer, attendre 24 h, puis refaire un examen.

L'échantillon peut également être examiné au cours du broyage.

Si, après ces opérations, aucune odeur étrangère ne se manifeste nettement, placer 3 à 5 g d'échantillon broyé dans un récipient de 50 à 100 ml de capacité. Examiner l'échantillon broyé, chauffé à une température ne dépassant pas 60 °C, en remuant avec précaution le récipient ouvert sur une flamme ou en le plaçant dans un bain d'eau et en le secouant à plusieurs reprises.

6.3 Une méthode rapide (renforçant le développement de l'odeur) consiste à opérer de la façon suivante : placer une petite quantité du produit dans un bécher, y verser de l'eau chaude (60 à 70 °C), couvrir le bécher, vider l'eau 2 à 3 min plus tard, et noter s'il y a présence d'odeurs étrangères.

7 RECHERCHE DE L'INFESTATION PAR LES INSECTES

Noter la présence d'insectes, particulièrement d'insectes adultes ou de larves d'insectes du type des teignes (par exemple *Endrosis species* ou *Hofmannophila species*) ou du genre bruche, sur les sacs ou à l'intérieur du produit.

Rechercher cette infestation par examen aux rayons X, selon la méthode spécifiée dans l'ISO 1162. À défaut, utiliser l'une des trois méthodes suivantes, qui sont à considérer comme étant uniquement qualitatives :

- a) recherche de l'infestation visible (7.1);
- b) recherche de l'infestation des pois et des haricots par les bruches, par flottation (7.2);
- c) recherche chimique de l'infestation des pois et des haricots par les bruches (7.3).

7.1 Recherche de l'infestation visible

Étaler une partie de l'échantillon pour laboratoire sur une plaque légèrement chauffée (environ 40 °C) et couvrir immédiatement avec une cloche en verre pour empêcher les insectes de s'envoler. Dans les climats chauds, il peut être utile de refroidir l'échantillon et ensuite de le faire passer rapidement à travers un tamis de 2 mm d'ouverture de maille. Ainsi, les insectes adultes peuvent être aisément recueillis dans un tube à essais; si l'on désire vérifier la présence d'insectes vivants, réchauffer à la main durant quelques minutes le tube fermé.

Si aucun insecte vivant n'est observé au bout de 15 min, ouvrir si possible 100 graines manifestement attaquées par les insectes, pour rechercher la présence éventuelle d'insectes vivants ou morts et de larves. Rechercher également

dans l'échantillon la présence de soies produites par les larves d'insectes du type des teignes.

Noter la présence d'insectes infestants, en indiquant les nombres trouvés, vivants ou morts, l'espèce (si possible) et le stade de développement (larvaire, adulte, etc.).

7.2 Recherche de l'infestation des pois et des haricots par les bruches, par flottation

7.2.1 Solution d'essai

Dissoudre 400 à 500 g de chlorure de sodium ou de nitrate d'ammonium, dans 1 litre d'eau. Réchauffer l'eau pour faciliter la dissolution. Après refroidissement, filtrer la solution à travers de la gaze.

7.2.2 Mode opératoire

Mettre 500 graines dans le récipient contenant la solution d'essai (7.2.1) et mélanger soigneusement. Les graines saines tombent au fond, tandis que celles qui sont attaquées par les bruches montent à la surface. Éliminer ces dernières au moyen d'un tamis approprié. Compter les graines attaquées par les bruches, et ouvrir les autres avec un couteau. Compter aussi les graines renfermant des larves, des nymphes ou des adultes. Déterminer alors la quantité totale de graines contaminées par des parasites vivants ou morts par rapport au nombre de graines examinées, et évaluer l'infestation en pourcentage.

NOTE – Lorsque les pois et les haricots ont une teneur en eau de 13 à 15 % (*m/m*), la solution doit avoir une masse volumique d'au moins 1,13 g/ml [18 % (*m/m*) de chlorure de sodium]; ainsi, les graines contenant des bruches adultes flottent sur l'eau, à condition que l'insecte soit parvenu à perforer le tégument. Pour faire flotter les graines contenant des insectes non encore développés, la masse volumique du liquide doit être d'au moins 1,20 g/ml, mais, dans cette solution, un nombre considérable de graines intactes flottent également. Les graines qui contiennent des insectes encore peu développés se comportent, en général, comme les graines pures; c'est pour cette raison que la méthode par flottation tend à donner des résultats faibles. Elle doit donc être considérée comme une méthode d'approche qui n'est pas équivalente à celles qui sont spécifiées en 7.1 et 7.3.

7.3 Recherche chimique de l'infestation des pois et des haricots par les bruches

7.3.1 Solution d'essai

Utiliser l'une des solutions suivantes :

- a) Solution d'iode et d'iodure de potassium à 10 g/l d'iode.

Dans un récipient en verre muni d'une fermeture rodée, dissoudre 10 g d'iodure de potassium dans un peu d'eau. À la solution obtenue, ajouter 5 g d'iode cristallisé et agiter jusqu'à dissolution totale. Diluer à 500 ml avec de l'eau.

- b) Solution éthanolique d'iode à 20 g/l (teinture d'iode).

Dissoudre 10 g d'iode cristallisé dans 500 ml d'éthanol à 96 % (V/V).

7.3.2 Mode opératoire

Placer 500 graines sur un tamis et les immerger dans la solution d'essai (7.3.1). Plonger ensuite le tamis avec les graines dans une solution d'hydroxyde de potassium ou de sodium à 5 g/l. Sortir le tamis avec les graines de la solution et rincer avec de l'eau froide durant 20 s. Les orifices d'entrée des larves et les points d'attaque se colorent en noir par ce traitement. Considérer comme étant contaminées toutes les graines dont la surface présente une tache ronde noire, conséquence de la coloration. Faire l'examen aussitôt que possible, car la coloration disparaît peu à peu.

Compter le nombre de graines présentant des points ou des taches noir(e)s, et exprimer l'infestation en pourcentage du nombre de graines examinées.

NOTE – Par accord entre acheteur et vendeur, le stade de développement des bruches peut être déterminé de la façon suivante : ouvrir les graines visiblement infestées et compter séparément les insectes morts et vivants (larves, nymphes et adultes).

8 EXAMEN DE L'IDENTITÉ SPÉCIFIQUE ET VARIÉTALE

Par l'examen des graines, l'espèce et la variété peuvent en être déterminées selon des méthodes morphologiques, physiques et chimiques.

8.1 Recherches des graines de pois fourragers dans les lots de pois potagers (pois de consommation)

Opérer selon la méthode morphologique (8.1.1), ou, si l'on ne réussit pas à distinguer les deux espèces de pois, utiliser la méthode chimique (8.1.2) ou la méthode à la lampe à quartz (8.1.3). Effectuer quatre essais en parallèle, prendre la moyenne et exprimer le résultat en pourcentage.

8.1.1 Méthode morphologique

La valeur des pois potagers, pour l'alimentation humaine, lorsqu'ils contiennent des graines claires, est diminuée par la présence de pois fourragers. En général, on peut distinguer les deux types sans aucune difficulté. La couleur des pois potagers est généralement claire (jaune ou verte), et leur hile est presque toujours de couleur claire. Le tégument du pois fourrager est uniformément gris ou montre des points de couleur violette, ou bien il est d'un brun marbré. Le hile est brun ou noir.

8.1.2 Méthode chimique

Mettre à tremper les graines choisies en les laissant durant 3 h dans de l'eau à la température ambiante. On peut accélérer l'examen en laissant tremper les graines durant 20 min dans de l'eau bouillante au lieu de les laisser tremper dans l'eau. Si les graines ne gonflent que lentement, augmenter le temps de trempage ou d'ébullition. Scarifier le tégument des graines qui ne gonflent pas.

Une fois les graines gonflées, enlever l'eau et mettre les graines dans un récipient en verre contenant une solution de carbonate de potassium à 10 g/l ou d'hydroxyde de sodium à 50 g/l. Après 5 à 10 min, les graines de pois

fourragers ou leur hile prennent une coloration foncée (brun ou noir), tandis que la couleur des pois potagers ne subit aucun changement.

8.1.3 Méthode à la lampe à quartz

Examiner les graines à la lumière ultraviolette. Les graines de pois potagers deviennent fluorescentes et donnent une lumière allant du bleu ou rose au violet, tandis que les graines de pois fourragers présentent une couleur brunâtre.

8.2 Recherche du lentillon (*Vicia sativa* var. *lentilsperma*) comme impureté dans les lentilles

Opérer selon la méthode morphologique (8.1.1), ou, si l'on ne réussit pas à distinguer les deux espèces de graines, utiliser la méthode à la lampe à quartz (8.2.2). Effectuer quatre essais en parallèle, prendre la moyenne et exprimer le résultat en pourcentage.

8.2.1 Méthode morphologique

Les graines de lentillon sont caractérisées par des bords plutôt épais et par des hiles enfoncés et plus larges que ceux des lentilles. Les graines de lentille ont, par contre, des bords plus minces et présentent une couleur plus foncée le long des bords.

8.2.2 Méthode à la lampe à quartz

Écartier le tégument des deux faces aplaties des graines et examiner ces dernières à la lumière ultraviolette. Les graines de lentille deviennent fluorescentes, avec une teinte gris-vert, tandis que les graines de lentillon prennent une couleur rose.

8.3 Recherche des graines de lupin doux et de lupin amer

Opérer selon la méthode chimique (8.3.1) ou selon la méthode à la lampe à quartz (8.3.2). Effectuer quatre essais en parallèle, prendre la moyenne et exprimer le résultat en pourcentage.

8.3.1 Méthode chimique

8.3.1.1 SOLUTION D'ESSAI

Dissoudre 60 g d'iode et 93 g d'iodure de potassium dans 1 litre d'eau; laisser reposer cette solution mère durant 2 à

3 jours avant l'utilisation. Pour chaque essai, prélever 75 ml de la solution mère et les compléter à 1 litre avec de l'eau, puis laisser reposer durant 24 h.

8.3.1.2 MODE OPÉRATOIRE

Constituer une prise d'essai en prélevant quatre fois 100 graines.

Dans le cas de graines de lupin doux jaune et de lupin amer, couper les graines en deux et en immerger la moitié dans la solution d'essai (8.3.1.1), amenée à une température d'environ 20 °C, durant quelques secondes, puis rincer à l'eau. La section des graines de lupin amer prend une couleur brun foncé, alors que cette couleur, pour les graines de lupin doux, est jaune clair.

Les graines de lupin doux blanc peuvent être immergées dans la solution d'essai durant 2 à 5 min, sans avoir été préalablement coupées. Les graines se colorent en vert foncé. Les rincer à l'eau tiède, jusqu'à ce que les graines de lupin doux blanchissent et que les graines de lupin amer prennent une couleur brun rouille. Les graines à tégument dur ne deviennent pas vertes et présentent seulement une couleur brun rouille claire. Si la distinction est douteuse, couper également ces graines en deux et colorer la section.

8.3.2 Méthode à la lampe à quartz

Examiner les sections des graines à la lumière ultraviolette. La section des graines de lupin amer devient fluorescente, tandis que celle des graines de lupin doux reste sombre.

9 DOSAGE DES HÉTÉROSIDES CYANOGENÉTIQUES

Effectuer la détermination comme spécifié dans l'ISO 2164.

10 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

Le procès-verbal d'essai doit indiquer l'essai concerné, la méthode utilisée et les résultats obtenus. Il doit, en outre, mentionner tous les détails opératoires non prévus dans la présente Norme internationale, ou facultatifs, ainsi que les incidents éventuels susceptibles d'avoir agi sur les résultats.

Le procès-verbal d'essai doit donner tous les renseignements nécessaires à l'identification complète de l'échantillon.

