TC34

# NORME INTERNATIONALE

ISO
659

Deuxième édition
1988-02-15

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

## Graines oléagineuses — Détermination de l'extrait à l'hexane (ou à l'éther de pétrole), dit «teneur en huile»

*Oilseeds — Determination of hexane extract (or light petroleum extract), called "oil content"*

Numéro de référence
ISO 659 : 1988 (F)

## 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 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. Les Normes internationales sont approuvées conformément aux procédures de l'ISO qui requièrent l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 659 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits agricoles alimentaires*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 659 : 1979), dont elle constitue une révision mineure.

© **Organisation internationale de normalisation, 1988** ●

Imprimé en Suisse

# Graines oléagineuses — Détermination de l'extrait à l'hexane (ou à l'éther de pétrole), dit «teneur en huile»

## 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.

NOTE — Sur demande, on peut analyser séparément

— les graines pures et les impuretés (voir 11.2);

— les graines pures, les poussières totales, les impuretés non oléagineuses et oléagineuses, dans le cas de l'arachide.

## 2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Au moment de la publication de cette norme, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur cette Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 542 : 1980, *Graines oléagineuses — Échantillonnage.*

ISO 664 : 1977, *Graines oléagineuses — Réduction des échantillons pour laboratoire en échantillons pour analyse.*

ISO 665 : 1977, *Graines oléagineuses — Détermination de la teneur en eau et matières volatiles.*

## 3 Définition

Pour les besoins de la présente Norme internationale, la définition suivante s'applique.

**extrait à l'hexane, dit «teneur en huile»**: Totalité des substances extraites dans les conditions opératoires spécifiées dans la présente Norme internationale et exprimée en pourcentage en masse rapporté au produit tel quel. Sur demande, il peut être exprimé par rapport à la matière sèche.

## 4 Principe

Extraction d'une prise d'essai dans un appareil approprié, avec de l'hexane technique ou, à défaut, de l'éther de pétrole. Élimination du solvant d'extraction et pesée de l'extrait obtenu.

## 5 Réactifs

**5.1** ***n*-Hexane technique,** ou, à défaut, **éther de pétrole,** essentiellement constitué d'hydrocarbures à 6 atomes de carbone dont moins de 5 % distillent au-dessous de 50 °C et plus de 95 % distillent entre 50 et 70 °C, et ayant un indice de brome inférieur à 1. Le résidu à l'évaporation complète doit être, pour les deux solvants, inférieur à 2 mg pour 100 ml.

**5.2 Acide chlorhydrique,** concentré, $\varrho_{20}$ = 1,19 g/ml (seulement dans le cas des graines de coton à linters adhérents — voir 8.4).

## 6 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et notamment:

**6.1 Balance analytique.**

**6.2 Broyeur mécanique,** facile à nettoyer, approprié à la nature des graines oléagineuses et permettant le broyage de celles-ci sans échauffement et sans modification sensible de leur teneur en eau, en matières volatiles et en huile.

**6.3 Râpe mécanique** ou, à défaut, **manuelle** (seulement dans le cas du coprah — voir 8.2).

**6.4 Microbroyeur mécanique,** (voir 11.1), 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.

**6.5 Cartouche à extraction** et **ouate,** exemptes de matières solubles dans l'hexane ou dans l'éther de pétrole.

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

NOTE — Il est nécessaire d'avoir plusieurs ballons (voir 9.3).

**6.7 Pierre ponce,** en petits grains, séchée dans une étuve à 103 °C ± 2 °C et refroidie dans un dessiccateur.

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

**6.9 Étuve à chauffage électrique,** munie d'un dispositif de thermorégulation, réglable en particulier à 103 °C ± 2 °C, permettant de réaliser une insufflation d'air ou une pression réduite.

**6.10 Dessiccateur,** contenant un agent déshydratant efficace.

**6.11** Dans le cas des graines de coton à linters adhérents, prévoir également :

**6.11.1 Étuve à chauffage électrique,** réglable à 130 °C ± 2 °C.

**6.11.2 Étuve à fumigation,** à contrôle thermostatique pouvant chauffer un échantillon à 115 °C en 30 min.

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

**6.11.4 Vase poreux,** en céramique, de forme cylindrique, de 68 mm de diamètre intérieur, de 80 mm de diamètre extérieur, de 85 mm de hauteur, et de 6 mm d'épaisseur de paroi et du fond.

**6.11.5 Verre de montre,** de 80 à 90 mm de diamètre.

**6.11.6 Pipette,** de 2 ml, graduée en divisions de 0,1 ml.

## 7 Échantillonnage

L'échantillonnage doit être effectué conformément à l'ISO 542.

## 8 Préparation de l'échantillon pour essai

### 8.1 Réduction des échantillons

Opérer sur l'échantillon pour analyse, obtenu selon les prescriptions de l'ISO 664. Si, avant la réduction de l'échantillon pour laboratoire, on a séparé les gros corps étrangers non oléagineux, il en sera tenu compte dans les calculs (voir 10.1.4). Selon les stipulations du contrat, opérer sur l'échantillon pour analyse tel quel ou après séparation des impuretés.

### 8.2 Coprah

Râper le produit manuellement ou, de préférence, au moyen de la râpe mécanique (6.3) permettant de traiter la totalité de l'échantillon pour analyse. Si l'on opère par râpage manuel (procédé qui ne permet pas de râper tout l'échantillon pour analyse), s'efforcer d'obtenir un sous-échantillon aussi représentatif que possible et tenir compte, à cet effet, de la grosseur et de la couleur des différents morceaux.

La longueur des particules de la râpure doit être voisine de 2 mm mais ne doit pas être supérieure à 5 mm. Mélanger la râpure avec soin et effectuer la détermination sans délai.

### 8.3 Graines de grosseur moyenne (tournesol, arachide, soja, etc.)

Sauf dans le cas des graines de coton à linters adhérents, broyer l'échantillon pour analyse dans le broyeur mécanique (6.2) préalablement bien nettoyé, 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, le mélanger avec soin et effectuer la détermination sans délai.

### 8.4 Graines de coton à linters adhérents

Peser, à 1 mg près, dans le vase métallique (6.11.3) taré, environ 60 g de l'échantillon pour analyse tel quel. Placer le vase avec les graines dans l'étuve (6.11.1) préalablement chauffée à 130 °C et laisser sécher durant 2 h à 130 ± 2 °C; ensuite, retirer le vase de l'étuve et le laisser refroidir à l'air durant environ 30 min. Transférer les graines ainsi desséchées dans le vase poreux en céramique (6.11.4) dont la paroi intérieure et le fond ont été préalablement humectés avec 1,5 ml de l'acide chlorhydrique (5.2), à l'aide de la pipette (6.11.6), en veillant à ce que l'acide soit complètement absorbé sans former de gouttes adhérentes. Recouvrir le vase avec le verre de montre (6.11.5) et le placer dans l'étuve à fumigation (6.11.2). Chauffer de manière à atteindre en 30 min la température de 115 °C, qui ne doit pas être dépassée, et maintenir cette température durant encore 30 min.

Retirer le vase de l'étuve, laisser refroidir durant 1 h à l'air, peser de nouveau, à 1 mg près, les graines ainsi traitées, puis broyer les graines dans le broyeur mécanique (6.2) et poursuivre comme cela est spécifié en 8.3.

### 8.5 Petites graines (lin, colza, etc.)

Mélanger avec soin l'échantillon pour analyse sans procéder à un broyage mécanique préalable.

## 9 Mode opératoire

### 9.1 Prise d'essai

**9.1.1** La prise d'essai doit être représentative de l'échantillon pour analyse.

**9.1.2** Peser, à 1 mg près, environ 10 g de l'échantillon pour essai (voir 8.2, 8.3, 8.4 ou 8.5, selon le cas).

NOTE — Dans le cas de l'arachide, la prise d'essai peut être constituée par des fractions séparées de graines pures, d'impuretés non oléagineuses et oléagineuses et de poussières totales, en quantités proportionnelles à la teneur en ces différents éléments de l'échantillon pour analyse tel quel.

**9.1.3** Dans le cas du coprah et des graines de grosseur moyenne, y compris les graines de coton à linters adhérents, transférer la prise d'essai dans la cartouche (6.5) et boucher celle-ci avec un tampon d'ouate (6.5).

**9.1.4** Dans le cas des petites graines, broyer la prise d'essai dans le microbroyeur (6.4) ou le broyeur (6.2), en ayant soin de ne pas laisser de graines intactes. Transférer, sans perte, dans la cartouche (6.5), les graines broyées, en se servant d'une spatule. Essuyer, avec un tampon d'ouate (6.5) imbibé de solvant (5.1), le bol du microbroyeur ou du broyeur et la spatule, et boucher la cartouche avec ce tampon.

## 9.2 Préséchage

Si la prise d'essai est très humide [teneur en eau et matières volatiles supérieure à 10 % ($m/m$)], laisser séjourner un certain temps la cartouche remplie dans une étuve maintenue à 80 °C au maximum, pour ramener la teneur en eau et matières volatiles au-dessous de 10 % ($m/m$).

## 9.3 Détermination

### 9.3.1 Préparation des ballons

Peser, à 1 mg près, deux ballons A et B (voir 6.6) contenant chacun un ou deux grains de pierre ponce (6.7).

### 9.3.2 Première extraction

Placer, dans l'appareil à extraction (6.6), la cartouche (6.5) contenant la prise d'essai. Verser, dans le ballon A, la quantité nécessaire de solvant (5.1). Adapter le ballon à l'appareil à extraction sur le bain à chauffage électrique ou sur la plaque chauffante (6.8). Conduire le chauffage dans des conditions telles que le débit du reflux soit d'au moins 3 gouttes par seconde (ébullition modérée, non tumultueuse).

Après une extraction d'une durée de 4 h, laisser refroidir. Enlever la cartouche de l'appareil à extraction et la placer dans un courant d'air afin d'éliminer la majeure partie du solvant résiduel.

### 9.3.3 Deuxième extraction

Vider la cartouche dans le microbroyeur (6.4) et broyer aussi finement que possible. (Voir 10.1.) Replacer le mélange dans la cartouche et celle-ci dans l'appareil à extraction. Extraire de nouveau durant 2 h, en utilisant le ballon A contenant le premier extrait. Laisser refroidir, enlever de nouveau la cartouche, éliminer la majeure partie du solvant et répéter le broyage comme précédemment.

### 9.3.4 Troisième extraction

Replacer le mélange dans la cartouche et celle-ci dans l'appareil à extraction. Verser, dans le ballon B, la quantité nécessaire de solvant. Adapter le ballon comme précédemment et procéder à une troisième extraction d'une durée de 2 h.

### 9.3.5 Élimination du solvant et pesée de l'extrait

Chasser, par distillation sur le bain à chauffage électrique ou sur la plaque chauffante (6.8), la majeure partie du solvant des ballons A et B. Chasser les dernières traces du solvant en chauffant les ballons durant environ 20 min dans l'étuve (6.9) réglée à 103 °C ± 2 °C.[1] Faciliter l'élimination soit en insufflant dans les ballons, 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.[2]

Laisser refroidir les ballons durant au moins 1 h, dans le dessiccateur (6.10), jusqu'à la température ambiante, et peser à 1 mg près.

Effectuer un deuxième chauffage durant environ 10 min dans les mêmes conditions, laisser refroidir et peser.

Pour chaque ballon, la différence entre les deux pesées ne doit pas dépasser 10 mg. Dans le cas contraire, répéter les opérations de chauffage d'une durée de 10 min, de refroidissement et de pesée, jusqu'à ce que la différence entre deux pesées successives soit au plus égale à 10 mg. Noter les masses finales du ballon A et du ballon B.

Si la masse de l'extrait dans le ballon B est au plus égale à 10 mg, l'extraction est terminée. Dans le cas contraire, procéder à une nouvelle extraction pendant 2 h dans les mêmes conditions (voir 9.3.4), en utilisant un nouveau ballon, jusqu'à ce que la masse de produit issu de la dernière extraction soit au plus égale à 10 mg.

### 9.3.6 Détermination des impuretés éventuelles

L'huile extraite doit être limpide ; dans le cas contraire, déterminer la quantité d'impuretés présentes. À cette fin, dissoudre les matières grasses dans le solvant utilisé pour l'extraction ; filtrer sur un papier filtre préalablement séché à 103 °C ± 2 °C jusqu'à masse constante ; laver le papier filtre plusieur fois avec le même solvant pour éliminer complètement l'huile ; sécher de nouveau à 103 °C ± 2 °C jusqu'à masse constante. (Pour refroidir et peser le papier filtre, se servir d'un vase approprié muni d'un couvercle.) Corriger le résultat en conséquence.

## 9.4 Nombre de déterminations

Effectuer deux déterminations sur le même échantillon pour essai.

# 10 Expression des résultats

## 10.1 Mode de calcul et formules

### 10.1.1 Détermination effectuée sur le produit tel quel

La « teneur en huile », exprimée en pourcentage en masse du produit tel quel, est égale à

$$\frac{m_1}{m_0} \times 100$$

1) Dans le cas de graines riches en acides volatils (coprah, palmiste, etc.), le séchage de l'extrait doit être effectué à la pression atmosphérique et à 80 °C au maximum.

2) Dans le cas de graines à huile siccative ou semi-siccative, il est préférable d'éliminer le solvant résiduel par séchage sous pression réduite.

où

$m_0$ est la masse, en grammes, de la prise d'essai (9.1.2);

$m_1$ est la somme des masses, en grammes, des extraits trouvés dans les ballons après séchage (voir 9.3.5).

Prendre comme résultat la moyenne arithmétique des deux déterminations (voir 9.4), si les conditions de répétabilité (voir 10.2) sont remplies. Dans le cas contraire, répéter la détermination sur deux autres prises d'essai. Si, cette fois encore, la différence dépasse 0,4 g pour 100 g d'échantillon, prendre comme résultat la moyenne arithmétique des quatre déterminations effectuées.

Exprimer le résultat avec une décimale.

#### 10.1.2 Cas où les graines pures et les impuretés sont analysées séparément

La formule donnée en 10.1.1 sert également à calculer la teneur en huile des graines pures et des impuretés, lorsque les graines pures et les impuretés sont analysées séparément (voir 11.2).

Dans ce cas, la «teneur en huile», exprimée en pourcentage en masse du produit tel quel (graines pures plus impuretés), est égale à

$$H_1 - \frac{P}{100}(H_1 - H_2)$$

où

$H_1$ est le pourcentage, en masse, d'huile des graines pures;

$H_2$ est le pourcentage, en masse, d'huile des impuretés;

$P$ est le pourcentage, en masse, d'impuretés du produit tel quel.

#### 10.1.3 Cas des graines de coton à linters adhérents

La «teneur en huile», exprimée en pourcentage en masse du produit tel quel, est égale à

$$\frac{m_1}{m_0} \times \frac{m_0''}{m_0'} \times 100$$

où

$m_0$ et $m_1$ ont les mêmes significations qu'en 10.1.1;

$m_0'$ est la masse, en grammes, de la prise d'essai (environ 60 g), avant traitement préalable (voir 8.4);

$m_0''$ est la masse, en grammes, de la même prise d'essai, après traitement préalable (voir 8.4) et avant broyage.

#### 10.1.4 Cas où les gros corps étrangers non oléagineux ont été séparés de l'échantillon (voir 8.1)

Le résultat obtenu selon 10.1.1, 10.1.2 ou 10.1.3 pour la «teneur en huile» du produit tel que doit être corrigé en conséquence d'après la formule

$$H_0 \times \frac{100 - X}{100}$$

où

$H_0$ est le pourcentage, en masse, d'huile de la substance analysée (calculé, selon le cas, d'après 10.1.1, 10.1.2 ou 10.1.3);

$X$ est le pourcentage, en masse, de gros corps étrangers non oléagineux, préalablement séparés du produit initial tel quel.

#### 10.1.5 Cas de l'arachide

La «teneur en huile», exprimée en pourcentage en masse du produit tel quel, est égale à

$$H_1 - \frac{P + I_o + I_n}{100}(H_1 - H_2)$$

où

$P$ est le pourcentage, en masse, de poussières totales;

$I_o$ est le pourcentage, en masse, d'impuretés oléagineuses;

$I_n$ est le pourcentage, en masse, d'impuretés non oléagineuses;

$H_1$ est le pourcentage, en masse, d'huile des graines pures;

$H_2$ est le pourcentage, en masse, d'huile des impuretés.

Si l'extraction a été effectuée dans une seule cartouche, calculer la «teneur en huile» selon 10.1.1.

#### 10.1.6 Cas où la «teneur en huile» est exprimée par rapport à la matière sèche

Sur demande, la «teneur en huile» peut être exprimée en pourcentage en masse de la matière sèche, elle est alors égale à

$$H_0 \times \frac{100}{100 - U}$$

où

$H_0$ est le pourcentage, en masse, d'huile du produit tel quel;

$U$ est le pourcentage, en masse, d'eau et matières volatiles, déterminé selon l'ISO 665.

### 10.2 Répétabilité

La différence entre les résultats de deux déterminations, effectuées simultanément ou rapidement l'une après l'autre par le même analyste, ne doit pas dépasser 0,4 g d'huile pour 100 g d'échantillon.

## 11 Notes sur l'appareillage et le mode opératoire

**11.1** Dans les laboratoires qui n'effectuent pas régulièrement des analyses de graines oléagineuses, et où un microbroyeur (voir 6.4) n'est pas disponible, le microbroyage de l'échantillon broyé (voir 9.3.3) peut être remplacé par une trituration au pilon

dans un mortier. Après une extraction d'une durée de 4 h, selon 9.3.2, vider le contenu de la cartouche dans le mortier, ajouter environ 10 g de sable qui a été lavé à l'acide chlorhydrique puis calciné, et triturer aussi finement que possible. Puis poursuivre l'analyse comme indiqué en 9.3.2. Le broyage manuel étant beaucoup moins efficace que le broyage mécanique en microbroyeur, la quantité d'huile obtenue dans le ballon B contenant le résultat de la troisième extraction est, dans le cas de graines difficiles à extraire telles que le colza, presque toujours supérieure à 10 mg. Cependant, il est absolument indispensable de procéder aux extractions successives comme spécifié dans la présente Norme internationale, jusqu'à ce que la masse d'huile extraite lors de la dernière extraction soit au plus égale à 10 mg, ce qui peut nécessiter parfois plus de cinq extractions.

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.

**11.2** S'il est demandé d'effectuer une détermination de la « teneur en huile » des graines pures, analyser les graines séparées des impuretés, en procédant comme pour le produit tel quel.

Pour connaître la « teneur en huile » des impuretés, effectuer l'analyse de la même manière que pour les graines pures, avec les possibilités suivantes :

— la prise d'essai peut être inférieure à 10 g, mais non inférieure à 2 g ;

— on peut se limiter à une seule extraction d'une durée de 4 h, la faible erreur par défaut sur la « teneur en huile » du produit tel quel étant négligeable.

## 12 Procès-verbal d'essai

Le procès-verbal d'essai doit indiquer la méthode utilisée, le résultat obtenu et le solvant utilisé, en précisant clairement si le résultat représente la « teneur en huile » du produit tel quel ou la « teneur en huile » rapportée à la matière sèche. 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 le résultat.

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