



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

Oilseed residues — Determination of hexane extract (or light-petroleum extract), called "oil content"

Première édition — 1979-08-15

CDU 665.117 : 620.1

Réf. n° : ISO 734-1979 (F)

Descripteurs : oléagineux, tourteau, analyse chimique, dosage, huile, méthode par extraction.

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 734 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits agricoles alimentaires*, et a été soumise aux comités membres en octobre 1977.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

Afrique du Sud, Rép. d'	Hongrie	Pologne
Allemagne, R. F.	Inde	Portugal
Australie	Iran	Roumanie
Canada	Israël	Royaume-Uni
Chili	Malaisie	Tchécoslovaquie
Corée, Rép. de	Mexique	Thaïlande
Égypte, Rép. arabe d'	Nouvelle-Zélande	Turquie
Éthiopie	Pays-Bas	URSS
France	Pérou	Yougoslavie

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

USA

Cette Norme internationale annule et remplace la Recommandation ISO/R 734-1968, dont elle constitue une révision technique.

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

0 Introduction

La détermination de la «teneur en huile» des graines oléagineuses étant effectuée selon l'ISO 659, *Graines oléagineuses — Détermination de l'extrait à l'hexane (ou à l'éther de pétrole), dit «teneur en huile»*, il a été estimé nécessaire de permettre le contrôle de la fabrication de l'huile en établissant une méthode de référence pour la détermination de la «teneur en huile» des tourteaux de la même manière.

Toutefois, les principaux utilisateurs de tourteaux de graines oléagineuses, à savoir les fabricants d'aliments du bétail, effectuent la détermination par extraction à l'oxyde diéthylique dans certains pays, mais, dans d'autres pays, ils effectuent l'extraction avec le *n*-hexane ou l'éther de pétrole. Les deux méthodes ne donnent pas toujours les mêmes résultats, et un grand nombre de données concernant la formulation des aliments du bétail sont basées sur chacune de ces deux méthodes. Il a donc été jugé nécessaire d'établir une Norme internationale séparée traitant de la méthode à l'oxyde diéthylique, et cela fait l'objet de l'ISO 736, *Tourteaux de graines oléagineuses — Détermination de l'extrait à l'oxyde diéthylique*.

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination de l'extrait à l'hexane (ou à l'éther de pétrole), dit «teneur en huile», des tourteaux (à l'exclusion des produits composés) provenant de l'extraction de l'huile des graines oléagineuses par pression ou solvant.

2 Référence

ISO 771, *Tourteaux de graines oléagineuses — Détermination de la teneur en eau et matières volatiles*.

3 Définition

extrait à l'hexane, dit «teneur en huile» : Totalité des substances extraites dans les conditions opératoires spécifiées ci-après, 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 Réactif

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.

6 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et notamment :

6.1 Broyeur mécanique, facile à nettoyer et permettant le broyage des tourteaux, sans échauffement et sans modification sensible de leurs teneurs en eau, en matières volatiles et en huile, en particules pouvant traverser complètement un tamis de 1 mm d'ouverture de maille.

6.2 Microbroyeur mécanique (voir 10.1), capable de produire une finesse de mouture des tourteaux de graines oléagineuses inférieure à 160 µm, à l'exception de l'«enveloppe» dont les particules peuvent atteindre 400 µm.

6.3 Cartouche à extraction et ouate, ou **papier filtre**, exempt(es) de matières solubles dans l'hexane ou dans l'éther de pétrole.

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

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

6.6 Étuve à chauffage électrique, munie d'un dispositif de thermorégulation permettant de réaliser une insufflation d'air ou une pression réduite.

6.7 Dessiccateur, contenant un agent déshydratant efficace.

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

6.9 Balance analytique.

7 Échantillonnage

L'échantillonnage des tourteaux de graines oléagineuses fera l'objet de l'ISO 5500.

8 Mode opératoire

8.1 Préparation de l'échantillon pour essai

8.1.1 La préparation de l'échantillon pour analyse fera l'objet de l'ISO 5502.

8.1.2 Broyer l'échantillon pour analyse (8.1.1), si nécessaire dans le broyeur mécanique (6.1) préalablement bien nettoyé. Utiliser d'abord environ un vingtième de l'échantillon pour parfaire le nettoyage du broyeur, et rejeter cette mouture; ensuite, broyer le reste, recueillir la mouture, la mélanger avec soin et effectuer la détermination sans délai.

8.2 Prise d'essai

8.2.1 Peser, à 1 mg près, environ 10 g de l'échantillon pour essai (8.1.2).

8.2.2 Transférer la prise d'essai (8.2.1) dans la cartouche (6.3) et boucher celle-ci avec un tampon d'ouate (6.3). Dans le cas où l'on utilise un papier filtre, emballer la prise d'essai dans ce papier.

8.3 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 réglée à 80 °C au maximum, pour ramener la teneur en eau et matières volatiles au-dessous de 10 % (*m/m*). (Voir 10.2.)

8.4 Détermination

8.4.1 Préparation du ballon

Peser, à 1 mg près, le ballon de l'appareil à extraction (6.4) contenant un ou deux grains de pierre ponce (6.8)

8.4.2 Première extraction

Placer, dans l'appareil à extraction (6.4), la cartouche (6.3) contenant la prise d'essai. Verser, dans le ballon, 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 (6.5). 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.

8.4.3 Deuxième extraction

Vider la cartouche dans le microbroyeur (6.2) 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 contenant le premier extrait.

La solution obtenue dans le ballon à extraction doit être limpide; dans le cas contraire, la filtrer sur un papier filtre, en recueillant le filtrat dans un autre ballon préalablement séché et taré, et en lavant plusieurs fois le premier ballon et le papier filtre avec le même solvant.

8.4.4 Élimination du solvant et pesée de l'extrait

Chasser, par distillation sur le bain à chauffage électrique ou sur la plaque chauffante (6.5), la majeure partie du solvant du ballon. Chasser les dernières traces du solvant en chauffant le ballon durant environ 20 min dans l'étuve (6.6) réglée à 103 ± 2 °C.¹⁾ Faciliter l'élimination soit en insufflant dans le ballon, 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 le ballon durant au moins 1 h, dans le dessiccateur (6.7), 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.

1) Dans le cas de tourteaux riches en acides volatils (tourteaux de 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 tourteaux de graines à huile siccative ou semi-siccative, il est préférable d'éliminer le solvant résiduel par séchage sous pression réduite.

La différence entre les deux pesées ne doit pas dépasser 10 mg. Dans le cas contraire, répéter le chauffage durant environ 10 min, refroidir et peser, jusqu'à ce que la différence entre deux pesées successives soit au plus égale à 10 mg. Noter la masse finale du ballon.

8.5 Nombre de déterminations

Effectuer deux déterminations sur le même échantillon pour essai.

9 Expression des résultats

9.1 Mode de calcul et formules

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

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

où

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai (8.2.1);

m_1 est la masse, en grammes, de l'extrait après séchage (voir 8.4.4).

Prendre comme résultat la moyenne arithmétique des deux déterminations, si les conditions de répétabilité (voir 9.2) sont remplies. Dans le cas contraire, répéter la détermination sur deux autres prises d'essai. Si, cette fois encore, la différence dépasse 0,2 g pour 100 g d'échantillon, prendre comme résultat la moyenne arithmétique des quatre déterminations effectuées.

Exprimer le résultat avec une décimale.

9.1.2 Sur demande de 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 (calculé selon 9.1.1);

U est le pourcentage, en masse, d'eau et matières volatiles, déterminé selon l'ISO 771.

9.2 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 0,2 g d'huile pour 100 g d'échantillon.

10 Notes sur l'appareillage et le mode opératoire

10.1 Dans les laboratoires où un microbroyeur (voir 6.2) n'est pas disponible, le microbroyage de l'échantillon broyé (voir 8.4.3) peut être remplacé par une trituration au pilon dans un mortier, en présence d'environ 10 g de sable qui a été lavé à l'acide chlorhydrique puis calciné. Cependant, 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.

10.2 Au lieu du préséchage décrit en 8.3, on peut mélanger la prise d'essai (8.2.1) dans un récipient approprié avec 2 à 3 g de sulfate de sodium anhydre, de qualité analytique, pour 5 g de mouture. Poursuivre comme indiqué en 8.2.2 et 8.4.

11 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.

