
**Tourteaux de graines oléagineuses —
Détermination de la teneur en huile —**

**Partie 2:
Méthode rapide par extraction**

*Oilseed residues — Determination of oil content
Part 2: Rapid extraction method*
(standards.iteh.ai)

[ISO 734-2:1998](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b4e531af-780d-4920-b3e1-fbfea0a13b90/iso-734-2-1998)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b4e531af-780d-4920-b3e1-fbfea0a13b90/iso-734-2-1998>



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 vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 734-2 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits agricoles alimentaires*, sous-comité SC 2, *Graines et fruits oléagineux*.

Cette première édition de l'ISO 734-2, de pair avec l'ISO 734-1, annule et remplace l'ISO 734:1979, qui a fait l'objet d'une révision technique.

L'ISO 734 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Tourteaux de graines oléagineuses — Détermination de la teneur en huile*:

- *Partie 1: Méthode par extraction à l'hexane (ou à l'éther de pétrole)*
- *Partie 2: Méthode rapide par extraction*

© ISO 1998

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'éditeur.

Organisation internationale de normalisation
Case postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse
Internet iso@iso.ch

Imprimé en Suisse

Les annexes A et B de la présente partie de l'ISO 734 sont données uniquement à titre d'information.

Tourteaux de graines oléagineuses — Détermination de la teneur en huile —

Partie 2: Méthode rapide par extraction

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 734 spécifie une méthode par extraction permettant d'estimer le niveau d'efficacité du processus de délipidation par comparaison entre la teneur en huile d'un tourteau de graine oléagineuse et la teneur en huile résiduelle des farines, granules et tourteaux en plaque correspondants.

Elle s'applique aux tourteaux de graines oléagineuses obtenus par pression ou par extraction de graines oléagineuses à l'aide d'un solvant, ainsi qu'aux granules élaborés à partir de ces tourteaux.

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 partie de l'ISO 734. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente partie de l'ISO 734 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 771:1977, *Tourteaux de graines oléagineuses — Détermination de la teneur en eau et en matières volatiles.*

ISO 5502:1992, *Tourteaux de graines oléagineuses — Préparation des échantillons pour essai.*

3 Définition

Pour les besoins de la présente partie de l'ISO 734, la définition suivante s'applique.

3.1

teneur en huile

totalité des substances extraites dans les conditions opératoires spécifiées dans la présente partie de l'ISO 734, et exprimée en pourcentage en masse rapporté au produit tel quel

NOTE Sur demande, la teneur en huile peut être exprimée par rapport à la matière sèche.

4 Principe

Pulvérisation de l'échantillon dans un broyeur à billes en présence d'un solvant, suivie d'une extraction avec le même solvant dans un appareil approprié. Élimination du solvant présent dans l'extrait par distillation, puis pesée du résidu après séchage.

5 Réactifs

Sauf indication différente, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue.

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 50 °C et plus de 95 % distillent entre 50 °C et 70 °C.

Le résidu à l'évaporation complète doit être, pour les deux solvants, inférieur à 2 mg pour 100 ml.

NOTE Il convient de ne pas utiliser, pour des déterminations ultérieures, le solvant éliminé de l'extrait par distillation.

6 Appareillage

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

6.1 Balance analytique, capable de peser à 1 mg près.

6.2 Enceinte de séchage, capable d'être maintenue à 103 °C ± 2 °C.

6.3 Microbroyeur à billes, de type Dangoumau¹⁾.

6.4 Chambre de broyage, en acier inoxydable ou en polytétrafluoroéthylène, de 65 ml de capacité (voir figure 1), contenant des billes en acier inoxydable.

La chambre de broyage peut (comme décrit à la figure 1) être équipée d'un dispositif de réfrigération dans lequel de l'eau circule pendant le broyage. Dans le cas de chambres de broyage en polytétrafluoroéthylène, la réfrigération est obligatoire.

6.5 Entonnoir, en matière plastique résistant à l'éther de pétrole, de 70 mm de diamètre, pourvu d'une tige dont le diamètre externe est égal à 10 mm et dont la longueur est comprise entre 100 mm et 150 mm.

La tige doit juste atteindre la cartouche d'extraction lorsque l'entonnoir est placé sur l'extracteur, comme indiqué en 9.2.4. Une pointe métallique destinée à retenir les billes en acier inoxydable se trouve à l'intérieur de l'entonnoir (voir figure 2).

6.6 Appareil à extraction continue, de type Twisselmann²⁾, muni de rodages en verre, d'un ballon à fond plat de 100 ml à 200 ml de capacité, d'un tube collecteur relié à la cartouche d'extraction, ainsi que d'un réfrigérant à reflux (voir figure 3).

NOTE 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 vérifier si l'appareil convient.

6.7 Cartouches d'extraction, de 25 mm × 100 mm, ayant une épaisseur de paroi de 1,5 mm et un fond renforcé.

6.8 Bain d'eau, à chauffage électrique, et résistant à l'explosion.

6.9 Bain de vapeur.

6.10 Ouate, exempte de graisses.

NOTE Par exemple, ouate dégraissée à usage ophtalmologique.

1) Le broyeur Dangoumau est un exemple de produit approprié disponible sur le marché.

2) L'appareil à extraction continue Twisselmann est un exemple d'appareil approprié disponible sur le marché.

Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente partie de l'ISO 734 et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif des produits ainsi désignés.

7 Échantillonnage

L'échantillonnage ne fait pas partie de la méthode spécifiée dans la présente partie de l'ISO 734. Une méthode d'échantillonnage recommandée est donnée dans l'ISO 5500 [1].

Il est important que le laboratoire reçoive un échantillon réellement représentatif, non endommagé ou modifié lors du transport et de l'entreposage.

8 Préparation de l'échantillon pour essai

Préparer l'échantillon pour essai conformément à l'ISO 5502.

9 Mode opératoire

NOTE S'il y a lieu de vérifier si l'exigence de la limite de répétabilité (11.2) est satisfaite, effectuer deux déterminations séparées conformément aux paragraphes 9.1 à 9.2.11.

9.1 Prise d'essai

Peser, à 0,001 g près, 5 g de l'échantillon pour essai bien homogénéisé dans une cartouche d'extraction (6.7).

9.2 Détermination

9.2.1 Transvaser le contenu de la cartouche dans la chambre de broyage (6.4) du microbroyeur contenant les billes en acier inoxydable.

9.2.2 Ajouter environ 20 ml de solvant (5.1). Fermer la chambre de broyage et actionner le broyeur (6.3) pendant 10 min. (Voir en 6.4 les précautions à observer.) [ISO 734-2:1998](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b4e531af-780d-4920-b3e1-84f90e12b990/iso-734-2-1998)
[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b4e531af-780d-4920-b3e1-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b4e531af-780d-4920-b3e1-84f90e12b990/iso-734-2-1998)

9.2.3 Placer la cartouche d'extraction à l'intérieur du tube collecteur de l'appareil d'extraction (6.6) et relier celui-ci au ballon préalablement séché et pesé.

9.2.4 Placer l'entonnoir (6.5) dans le tube collecteur de manière à ce que sa tige arrive à hauteur du quart supérieur de la cartouche.

9.2.5 Verser ensuite le contenu de la chambre de broyage à travers l'entonnoir dans la cartouche d'extraction, en veillant à ce que les billes soient retenues par la pointe en métal située à l'intérieur de l'entonnoir. Rincer avec précaution la chambre de broyage ainsi que son couvercle et les billes d'acier à l'aide du solvant, de manière à transvaser quantitativement la totalité des particules de l'échantillon dans la cartouche d'extraction. Cette opération nécessite l'emploi d'environ 50 ml de solvant; le volume total de solvant utilisé est donc d'environ 70 ml.

9.2.6 Recouvrir le contenu de la cartouche d'extraction d'un tampon d'ouate (6.10). Connecter le ballon et l'appareil d'extraction au réfrigérant et disposer l'ensemble dans un bain d'eau bouillante (6.8) ou dans un bain de vapeur (6.9).

9.2.7 Extraire pendant 1 h, à compter du moment où le solvant entre en ébullition, tout en maintenant un débit de reflux d'au moins 5 ml/min.

9.2.8 Fermer ensuite le robinet du réfrigérant Twisselmann et recueillir la majorité du solvant dans le récipient de récupération de l'extracteur. (Voir la note en 5.1.)

9.2.9 Retirer le ballon de l'appareil d'extraction et le placer sur un bain d'eau bouillante pendant environ 5 min afin de faire évaporer le solvant résiduel.

9.2.10 Sécher le ballon contenant l'huile pendant 1,5 h dans l'enceinte de séchage (6.2) réglée à 103 °C, refroidir jusqu'à température ambiante, puis peser le ballon.

9.2.11 Sécher de nouveau le ballon pendant 10 min supplémentaires à la même température, et peser après refroidissement. La différence entre les deux pesées ne doit pas être supérieure à 0,01 g. Dans le cas contraire, recommencer le séchage et la pesée.

10 Expression des résultats

10.1 La teneur en huile, H , exprimée en pourcentage en masse du produit tel quel, est égale à

$$H = \frac{m_1}{m_0} \times 100 \%$$

où

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai (9.1);

m_1 est la masse, en grammes, de l'extrait après séchage.

Exprimer le résultat avec une décimale.

10.2 Sur demande, la teneur en huile peut être exprimée en pourcentage en masse de la matière sèche. Elle est alors égale à

$$H_D = H \times \frac{100 \%}{100 \% - U}$$

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

où

H est le pourcentage, en masse, d'huile du produit tel quel (calculé selon 10.1);

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b4e531af-780d-4920-b3e1-8-fc9e12f006e-734-2-1998>

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

11 Fidélité

11.1 Essai interlaboratoires

Les détails d'un essai interlaboratoires relatif à la fidélité de la méthode sont résumés dans l'annexe A. Les valeurs dérivées de cet essai peuvent ne pas s'appliquer aux plages de concentrations ou matrices autres que celles données.

11.2 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 l'essai dans le même laboratoire par le même opérateur utilisant le même appareillage dans un court intervalle de temps, n'excédera 0,3 g d'huile pour 100 g d'échantillon que dans 5 % des cas au plus.

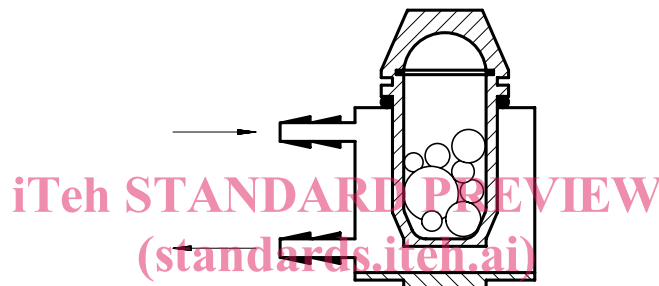
11.3 Reproductibilité

La différence absolue entre deux résultats d'essai individuels, obtenus à l'aide de la même méthode sur un matériau identique soumis à l'essai dans des laboratoires différents par des opérateurs différents utilisant des appareillages différents, n'excédera 0,6 g d'huile pour 100 g d'échantillon que dans 5 % des cas au plus.

12 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit indiquer:

- tous les renseignements nécessaires à l'identification complète de l'échantillon;
- la méthode d'échantillonnage utilisée, si elle est connue;
- la méthode d'essai utilisée, avec référence à la présente partie de l'ISO 734;
- tous les détails opératoires non prévus dans la présente partie de l'ISO 734, ou considérés comme facultatifs, ainsi que les incidents éventuels susceptibles d'avoir agi sur le(s) résultat(s) d'essai;
- le(s) résultat(s) d'essai obtenu(s) et le solvant utilisé, en précisant clairement si le résultat représente la teneur en huile du produit tel quel ou la teneur en huile du produit rapportée à la matière sèche;
- si la répétabilité a été vérifiée, le résultat final cité qui a été obtenu.



ISO 734-2:1998
 Figure 1 — Broyeur à billes muni d'un système de réfrigération
 fbfca0a13b90/iso-734-2-1998

Dimensions en millimètres

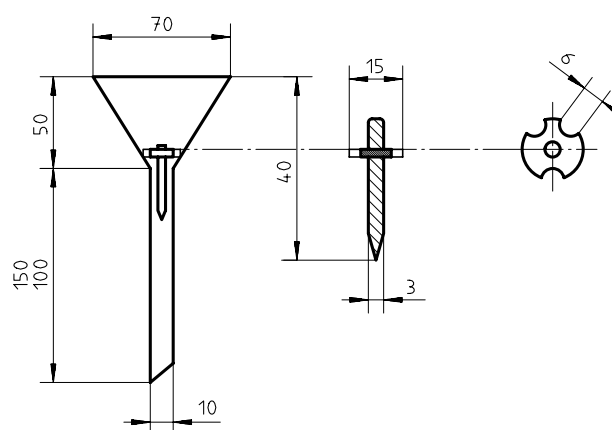
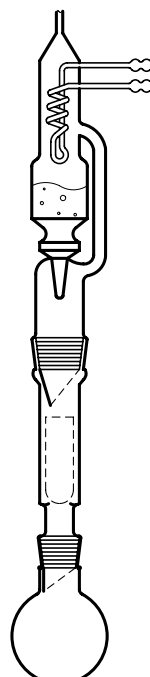


Figure 2 — Entonnoir équipé d'une pointe métallique



iTeh STANDARD PREVIEW

Figure 3 — Appareil d'extraction de type Twisselmann

ISO 734-2:1998

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b4e531af-780d-4920-b3e1-fbfea0a13b90/iso-734-2-1998>

Annexe A (informative)

Résultats de l'essai interlaboratoires

Un essai collaboratif international a été organisé en 1994, par l'Institut für Chemie und Physik der Fette (BAGKF – Allemagne), avec la participation de 11 laboratoires, chacun d'eux ayant effectué deux analyses par échantillon.

L'analyse a porté sur trois échantillons:

- tourteau de colza;
- tourteau de soja;
- tourteau de tournesol.

Les résultats obtenus ont été soumis à une analyse statistique conformément à l'ISO 5725 [2]³⁾ pour donner les valeurs de fidélité indiquées dans le tableau A.1.

Tableau A.1 — Résultats de l'essai interlaboratoires

Paramètre	Échantillon		
	Tourteau de colza	Tourteau de soja	Tourteau de tournesol
Nombre de laboratoires retenus après élimination des laboratoires aberrants	11	11	11
Nombre de laboratoires acceptés	8	8	7
Teneur moyenne en huile [% (m/m)]	3,9	1,4	3,1
Écart-type de répétabilité, s_r [% (m/m)]	0,1	0,1	0,1
Coefficient de variation de répétabilité (%)	6,2	10,1	5,9
Limite de répétabilité, r (2,8 s_r) [% (m/m)]	0,2	0,1	0,2
Écart-type de reproductibilité, s_R [% (m/m)]	0,1	0,1	0,1
Coefficient de variation de reproductibilité (%)	10,6	16,6	7,9
Limite de reproductibilité, R (2,8 s_R) [% (m/m)]	0,4	0,2	0,2

3) L'ISO 5725:1986 (à présent annulée) a été utilisée pour obtenir les valeurs de fidélité.