
NORME INTERNATIONALE



736

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

Tourteaux de graines oléagineuses – Détermination de l'extrait à l'oxyde diéthylique

Oilseed residues – Determination of diethyl ether extract

Première édition – 1977-10-01

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 736:1977](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/721d2bb3-b250-4634-b468-0196a8522baf/iso-736-1977>

CDU 665.117 : 543.85

Réf. n° : ISO 736-1977 (F)

Descripteurs : oléagineux, tourteau, analyse chimique, dosage, huile.

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 736 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 735-1968, qui avait été approuvée par les comités membres des pays suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	France	Portugal
Allemagne	Hongrie	Royaume-Uni
Australie	Inde	Roumanie
Bulgarie	Iran	Tchécoslovaquie
Chili	Israël	Thaïlande
Colombie	Italie	Turquie
Corée, Rép. de	Pays-Bas	Yougoslavie
Égypte, Rép. arabe d'	Pologne	

Les comités membres des pays suivants l'avaient désapprouvée pour des raisons techniques :

Canada
Irlande

Tourteaux de graines oléagineuses — Détermination de l'extrait à l'oxyde diéthylique

0 INTRODUCTION

La présente Norme internationale a été établie parce que les principaux utilisateurs de tourteaux de graines oléagineuses, à savoir les fabricants d'aliments du bétail, ont, de tout temps, effectué la détermination de la teneur en huile des tourteaux par extraction à l'oxyde diéthylique et ont rassemblé une importante documentation sur ce sujet.

Toutefois la détermination de la teneur en huile des graines oléagineuses étant effectuée selon l'ISO 659, *Graines oléagineuses — Détermination de l'extrait au n-hexane (ou à l'éther de pétrole), dit «teneur en huile»*¹⁾, il fut jugé nécessaire de déterminer la teneur en huile des tourteaux de la même manière pour permettre, aux fabricants d'huile, de contrôler leur fabrication. En conséquence, cette méthode fait l'objet de l'ISO 734, *Tourteaux de graines oléagineuses — Détermination de l'extrait au n-hexane (ou à l'éther de pétrole), dit «teneur en huile»*²⁾. Les deux méthodes ne donnent pas toujours les mêmes résultats.

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination de l'extrait à l'oxyde diéthylique, des tourteaux (à l'exclusion des produits composés) provenant de l'extraction de l'huile des graines oléagineuses par pression ou solvant.

2 RÉFÉRENCES

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

ISO 5500, *Tourteaux de graines oléagineuses — Échantillonnage.*³⁾

3 DÉFINITION

extrait à l'oxyde diéthylique : Totalité des substances extraites par l'oxyde diéthylique dans les conditions opératoires spécifiées ci-après.

4 PRINCIPE

Extraction d'une prise d'essai avec de l'oxyde diéthylique dans un appareil approprié.

5 RÉACTIFS ET MATÉRIAUX

5.1 Oxyde diéthylique, anhydre, pratiquement exempt de peroxydes (ρ_{20} 0,712 à 0,716 g/ml, point d'ébullition 34,5 °C), de qualité analytique, dont le résidu non volatil à 80 °C ne dépasse pas 0,001 % (m/m).

5.2 Sable, lavé à l'acide chlorhydrique et calciné.

5.3 Pierre ponce, en petits grains, préalablement séchée.

5.4 Sulfate de sodium, anhydre, de qualité analytique.

6 APPAREILLAGE

6.1 Balance analytique.

6.2 Broyeur mécanique, facile à nettoyer et permettant le broyage des tourteaux en particules pouvant traverser complètement le tamis (6.3), sans échauffement et sans modification sensible de leur teneur en eau, en matières volatiles et en huile.

6.3 Tamis, de 1 mm d'ouverture de maille.

6.4 Cartouche à extraction et ouate, ou papier filtre.

Les matériaux doivent être exempts de matières solubles dans l'oxyde diéthylique.

6.5 Appareil à extraction approprié (capacité du ballon 200 à 250 ml, par exemple).

6.6 Bain à chauffage électrique (bain de sable, bain d'eau, etc.).

1) Actuellement au stade de projet. (Révision de l'ISO/R 659-1968.)

2) Actuellement au stade de projet. (Révision de l'ISO/R 734-1968.)

3) En préparation.

6.7 Mortier et pilon, en porcelaine, en fer ou en bronze, ou, de préférence, **microbroyeur mécanique** approprié.

6.8 Étuve électrique, à contrôle thermostatique et à pression réduite.

6.9 Dessiccateur, contenant un agent déshydratant efficace.

7 MODE OPÉRATOIRE

7.1 Préparation de l'échantillon pour essai

7.1.1 Opérer sur l'échantillon pour laboratoire, obtenu selon les prescriptions de l'ISO 5500.

7.1.2 Broyer l'échantillon pour laboratoire, si nécessaire, dans le broyeur mécanique (6.2) 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.

7.2 Prise d'essai

Peser, à 0,01 g près, dès la fin du broyage, 5 à 10 g de l'échantillon pour essai (7.1.2) selon la teneur présumée en substances extractibles.

7.3 Déshydratation préalable

Mélanger la prise d'essai (7.2) dans un récipient approprié avec 2 à 3 g du sulfate de sodium anhydre (5.4) pour 5 g de mouture. Introduire le mélange dans une cartouche (6.4) et boucher celle-ci avec un tampon d'ouate (6.4); dans le cas où l'on utilise un papier filtre, emballer le mélange dans ce papier.

Le mélange peut se faire dans la cartouche elle-même.

7.4 Détermination

Peser, à 0,001 g près, le ballon de l'appareil à extraction (6.5) contenant un ou deux grains de pierre ponce (5.3) préalablement séchée à une température voisine de 100 °C et refroidie durant au moins 1 h, dans le dessiccateur (6.9), jusqu'à la température ambiante.

Placer, dans l'extracteur, la cartouche ou le papier filtre contenant la prise d'essai. Verser, dans le ballon, la quantité nécessaire de l'oxyde diéthylique (5.1). Adapter le ballon à l'extracteur sur le bain à chauffage électrique (6.6) et conduire le chauffage dans des conditions telles que la vitesse d'extraction soit d'au moins 3 gouttes par seconde (ébullition vive, mais non tumultueuse).

Après une extraction durant 4 h, laisser refroidir. Enlever la cartouche de l'extracteur et la placer dans un courant d'air afin d'éliminer la majeure partie du solvant qui l'imprègne.

Vider la cartouche dans un mortier (6.7), ajouter environ 10 g du sable (5.2) et triturer aussi finement que possible

(si l'on utilise un microbroyeur, broyer sans adjonction de sable). Replacer le mélange dans la cartouche et celle-ci dans l'extracteur. Extraire de nouveau durant 2 h, en utilisant le même ballon (voir 9.1 et 9.2).

Chasser du ballon, par distillation sur bain d'eau bouillante, la majeure partie du solvant. Poursuivre l'élimination du solvant, en tournant avec soin le ballon, jusqu'à ce qu'il n'en reste que des traces. Chasser les dernières traces du solvant en chauffant le ballon à 75 °C durant 1,5 h dans l'étuve (6.8), sous pression réduite (pression maximale 133 mbar) (sauf dans le cas prévu en 9.3).

Laisser refroidir le ballon durant au moins 1 h, dans le dessiccateur (6.9), jusqu'à la température ambiante, et peser à 0,001 g près.

Effectuer un second chauffage durant 30 min dans les mêmes conditions, refroidir et peser.

La différence entre les résultats de ces deux pesées ne doit pas dépasser 0,01 g. Sinon, renouveler le chauffage durant des périodes de 30 min jusqu'à ce que la différence de masse soit au plus égale à 0,01 g. Retenir la dernière pesée du ballon.

Effectuer deux déterminations sur le même échantillon pour essai.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

8 EXPRESSION DES RÉSULTATS

8.1 Mode de calcul et formules

8.1.1 L'extrait à l'oxyde diéthylique, exprimé en pourcentage en masse de l'échantillon tel quel, est égal à

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

où

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai (7.2);

m_1 est la masse, en grammes, de l'extrait trouvé dans le ballon d'extraction, à la dernière pesée.

Prendre comme résultat la moyenne arithmétique des deux déterminations, si les conditions de répétabilité (voir 8.2) 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.

8.1.2 Sur demande, l'extrait à l'oxyde diéthylique peut être exprimé par rapport à la matière sèche en multipliant le résultat obtenu selon 8.1.1 par

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

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

8.2 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'extrait à l'oxyde diéthylique pour 100 g d'échantillon.

9 NOTES SUR LE MODE OPÉRATOIRE

9.1 Pour la plupart des tourteaux de graines oléagineuses, une seule extraction durant 6 h, sans trituration supplémentaire, donne des résultats équivalents, mais il appartient à l'analyste de le confirmer dans chaque cas particulier.

9.2 La solution obtenue dans le ballon d'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 de l'oxyde diéthylique. Chasser le solvant et sécher l'extrait comme indiqué en 7.4.

9.3 Dans le cas des tourteaux riches en acides volatils (tourteaux de coprah, palmiste, etc.), le séchage de l'extrait doit être effectué à 60 °C et à la pression atmosphérique.

10 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

Le procès-verbal d'essai doit indiquer la méthode utilisée et les résultats obtenus, en précisant clairement si ceux-ci sont rapportés au produit tel quel ou 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 les résultats.

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

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 736:1977](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/721d2bb3-b250-4634-b468-0196a8522baf/iso-736-1977)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/721d2bb3-b250-4634-b468-0196a8522baf/iso-736-1977>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 736:1977

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/721d2bb3-b250-4634-b468-0196a8522baf/iso-736-1977>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 736:1977

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/721d2bb3-b250-4634-b468-0196a8522baf/iso-736-1977>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 736:1977

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/721d2bb3-b250-4634-b468-0196a8522baf/iso-736-1977>