
**Tourteaux de graines oléagineuses —
Détermination de la teneur en
protéines solubles en solution
d'hydroxyde de potassium**

*Oilseed meals — Determination of soluble proteins in potassium
hydroxide solution*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 14244:2014](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c955848d-c0f7-4a59-9b9b-66c4d52c6f65/iso-14244-2014)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c955848d-c0f7-4a59-9b9b-66c4d52c6f65/iso-14244-2014>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 14244:2014

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c955848d-c0f7-4a59-9b9b-66c4d52c6f65/iso-14244-2014>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2014

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, 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, l'affichage sur l'internet ou sur un Intranet, sans autorisation écrite préalable. Les demandes d'autorisation peuvent être adressées à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

	Page
Avant-propos.....	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Principe	1
4 Réactifs	1
5 Appareillage	2
6 Échantillonnage	3
7 Préparation de l'échantillon pour essai	3
8 Mode opératoire	3
9 Expression des résultats	4
10 Fidélité	4
10.1 Essai interlaboratoires.....	4
10.2 Répétabilité.....	4
10.3 Reproductibilité.....	4
11 Rapport d'essai	4
Annexe A (informative) Résultats des essais interlaboratoires	5
Bibliographie	6

iTech STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 14244:2014](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c955848d-c0f7-4a59-9b9b-66c4d52c6f65/iso-14244-2014)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c955848d-c0f7-4a59-9b9b-66c4d52c6f65/iso-14244-2014>

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 procédures utilisées pour l'élaboration du présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/CEI, Partie 1. Il convient, en particulier, de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/patents).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

(standards.iteh.ai)

Pour une explication de la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'OMC concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: Avant-propos – Informations supplémentaires

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c955848d-c017-4a59-9b9b-66c4d52c6f65/iso-14244-2014>

Le comité chargé de l'élaboration du présent document est l'ISO/TC 34, *Produits alimentaires*, Sous-comité SC 2, *Graines et fruits oléagineux et farines de graines oléagineuses*.

Tourteaux de graines oléagineuses — Détermination de la teneur en protéines solubles en solution d'hydroxyde de potassium

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination de la teneur en protéines solubles dans une solution d'hydroxyde de potassium, des tourteaux de soja, colza et tournesol, par analyse selon la méthode Kjeldahl comme spécifié dans les ISO 5983-1 et ISO 5983-2.

2 Références normatives

Les documents ci-après, dans leur intégralité ou non, sont des références normatives indispensables à l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 565, *Tamis de contrôle — Tissus métalliques, tôles métalliques perforées et feuilles électroformées — Dimensions nominales des ouvertures*

ISO 5500, *Tourteaux de graines oléagineuses — Échantillonnage*

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

ISO 5983-1, *Aliments des animaux — Dosage de l'azote et calcul de la teneur en protéines brutes — Partie 1: Méthode Kjeldahl*

ISO 5983-2, *Aliments des animaux — Dosage de l'azote et calcul de la teneur en protéines brutes — Partie 2: Méthode de digestion en bloc et distillation à la vapeur*

3 Principe

L'échantillon est dispersé dans une solution d'hydroxyde de potassium de pH approximativement égal à 12,5, agité et centrifugé. La teneur en azote du liquide clarifié est ensuite déterminée par la méthode Kjeldahl visant à calculer la teneur en protéines brutes et elle est comparée à la teneur en protéines brutes de l'échantillon d'origine.

NOTE La méthode Kjeldahl est décrite dans l'ISO 5983-1 et dans l'ISO 5983-2.

4 Réactifs

AVERTISSEMENT 1 Les essais conformes à la présente Norme internationale entraînent des risques pour les personnes et la possibilité que des substances émises engendrent des dommages pour l'environnement. De ce fait, des mesures appropriées doivent être prises pour prévenir les risques, protéger le personnel et éviter le dégagement de ces substances.

AVERTISSEMENT 2 Il y a lieu de veiller à préserver l'environnement durant toutes les phases de ces opérations. Pour de plus amples informations, il est recommandé de faire référence à l'ASTM D4447, qui décrit la classification des types de résidus et les méthodes de prétraitement en vue de leur récupération ou de leur mise au rebut.

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue.

4.1 Hydroxyde de potassium.

4.2 Solution d'hydroxyde de potassium, $c(\text{KOH}) = 0,036 \text{ mol/l}$.

Préparation : Dissoudre 2,4 g d'hydroxyde de potassium (fraction massique $w = 85 \text{ g/100 g}$) dans 1 000 ml d'eau distillée.

4.3 n-hexane ou mélange d'isomères d'hexane, ou éther de pétrole.

5 Appareillage

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

5.1 Tamis, 500 μm pour les tourteaux de tournesol et 250 μm pour les tourteaux de soja et de colza (comme spécifié dans l'ISO 565).

5.2 Balance analytique, pouvant peser à 0,001 g près.

5.3 Récipients pour agitateur, d'une capacité de 150 ml.

5.4 Agitateur magnétique avec indicateur de la vitesse de rotation (tr/min) ou agitateur mécanique rotatif, comportant un bras permettant pendant sa rotation, le retournement complet des tubes à centrifuger.

5.5 Broyeur.

5.5.1 Broyeur de laboratoire à couteaux, du type moulin à café ou broyeur équipé d'une grille ou l'équivalent.

5.5.2 Broyeur à cyclone, ou analogue.

5.6 Centrifugeuse, permettant d'atteindre une accélération relative de $800 g \pm 100 g$.

La valeur de la vitesse de rotation, v , est calculée d'après la Formule (1):

$$v = 423 \sqrt{\frac{F_c}{d}} \quad (1)$$

où

v est la vitesse de rotation, en tours par minute;

d est le diamètre de rotation, en centimètres, mesuré entre les extrémités des tubes opposés, dans la position de rotation;

F_c est l'accélération centrifuge relative (en l'occurrence, 800 g).

5.7 Pipettes jaugées à un trait, d'une capacité de 25 ml.

5.8 Burette, d'une capacité de 100 ml.

5.9 Tube à centrifuger ou ampoule à centrifuger.

5.10 Papier filtre, exempt d'azote ou pot en verre, avec une plaque de filtration.

6 Échantillonnage

L'échantillonnage ne fait pas partie de la méthode spécifiée dans la présente Norme internationale. Il est recommandé de suivre la méthode d'échantillonnage indiquée dans l'ISO 5500.

Il est important que le laboratoire reçoive un échantillon réellement représentatif, n'ayant été ni endommagé, ni modifié lors du transport ou du stockage.

7 Préparation de l'échantillon pour essai

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

Si la teneur en matières grasses de l'échantillon est supérieure à 5 %, celui-ci doit être dégraissé par extraction à froid avec du n-hexane.

8 Mode opératoire

8.1 Effectuer la détermination en double.

8.2 Broyer l'échantillon au moyen d'un broyeur ou de tout autre appareil n'engendrant pas d'échauffement jusqu'à ce que la totalité du matériau passe à travers un tamis de 250 µm pour les tourteaux de soja et de colza, et un tamis de 500 µm pour les tourteaux de tournesol.

La granulométrie ayant une incidence considérable sur le résultat final de l'analyse, il est recommandé d'effectuer le broyage avec soin.

ISO 14244:2014

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c955848d-c0f7-4a59-9b9b->

8.3 Peser 1,5 g de la farine préparée selon 8.2 et la verser dans un récipient pour agitateur de 150 ml. Si un agitateur mécanique rotatif est utilisé, il est recommandé d'utiliser les récipients qui lui sont dédiés.

8.4 Ajouter 75 ml (5.8) de la solution d'hydroxyde de potassium (4.2) et agiter pendant 20 min à une vitesse suffisante pour maintenir tous les solides en suspension. En cas d'utilisation d'un agitateur rotatif, utiliser le tube à centrifuger et régler la vitesse au minimum.

8.5 Transvaser la totalité du liquide dans un tube ou une ampoule à centrifuger et centrifuger pendant 10 min, à une accélération relative de 800 g.

8.6 Si quelques particules restent en suspension, filtrer le liquide clarifié à travers un papier filtre ou au-dessus d'un pot en verre de façon à éviter tout transfert de particules.

8.7 Prélever des aliquotes de filtrat (5.7) de 25 ml et déterminer la teneur en azote par la méthode de Kjeldahl décrite dans l'ISO 5983-1 ou l'ISO 5983-2.

NOTE Selon le présent mode opératoire, chaque aliquote correspond à 0,5 g de l'échantillon d'origine broyé.

8.8 La teneur en azote de l'échantillon d'origine broyé doit être déterminée en double, en appliquant la méthode de Kjeldahl décrite dans l'ISO 5983-1 ou l'ISO 5983-2.

9 Expression des résultats

La teneur en protéines solubles dans une solution d'hydroxyde de potassium, w_{sp} , exprimée en fraction massique, en grammes de protéines solubles (à partir du surnageant) par 100 g de protéines totales, est calculée d'après la Formule (2):

$$w_{sp} = \frac{N_s}{N_t} \times 100 \quad (2)$$

où

w_{sp} est la teneur en protéine soluble dans la solution d'hydroxyde de potassium, en grammes par 100 g;

N_s est la teneur en azote obtenue comme indiqué en [8.7](#);

N_t est la teneur en azote obtenue comme indiqué en [8.8](#).

Noter les résultats à une décimale près.

10 Fidélité

10.1 Essai interlaboratoires

Les résultats d'un essai interlaboratoires sont donnés dans l'[Annexe A](#) pour information.

10.2 Répétabilité

La différence absolue entre deux résultats d'essai indépendants obtenus par application de la même méthode, sur des matériaux identiques soumis à l'essai dans le même laboratoire, par le même opérateur utilisant le même appareillage et dans un court intervalle de temps, ne dépassera pas la moyenne arithmétique des valeurs de r obtenues à partir de l'étude interlaboratoires dans plus de 5 % des cas indiqués dans le [Tableau A.1](#).

10.3 Reproductibilité

La différence absolue entre deux résultats d'essai, obtenus par application de la même méthode, sur des matériaux identiques soumis à l'essai dans des laboratoires différents, par différents opérateurs utilisant un appareillage différent ne dépassera pas la moyenne arithmétique des valeurs de R obtenues à partir de l'étude interlaboratoires dans plus de 5 % des cas indiqués dans le [Tableau A.1](#).

11 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit spécifier:

- toutes les informations nécessaires à l'identification complète de l'échantillon;
- la méthode d'échantillonnage utilisée, si elle est connue;
- la méthode d'essai, avec la référence de la présente Norme internationale, à savoir ISO 14244;
- toutes les informations opératoires détaillées non spécifiées dans la présente Norme internationale, ou considérées comme facultatives, ainsi que des informations détaillées sur tous les incidents susceptibles d'avoir eu une incidence sur les résultats;
- les résultats d'essai obtenus;
- si la répétabilité a été vérifiée, le résultat final validé.

Annexe A (informative)

Résultats des essais interlaboratoires

Un essai interlaboratoires a été réalisé par l'IRAM (Institut argentin de normalisation et de certification) en vue d'évaluer la répétabilité et la reproductibilité de la méthode d'essai décrite dans la présente Norme internationale.

Dix échantillons pour essai constitués de trois matrices différentes (tourteaux de soja, de colza et de tournesol) ont été envoyés à 24 laboratoires nationaux et étrangers, et 21 résultats de laboratoires ont été reçus. En résumé, 87,5 % des laboratoires ont participé activement à cet essai interlaboratoires.

Le calcul des valeurs de répétabilité et de reproductibilité obtenues pour les teneurs en protéines solubles découle de l'application d'une analyse statistique conformément à l'ISO 5725-1[1] et l'ISO 5725-2.[2] Cette analyse a été préparée par le Complejo Laboratorios of Bolsa de Comercio de Rosario (Argentine). Les résultats statistiques figurent dans le [Tableau A.1](#).

Tableau A.1 — Résultats statistiques de l'essai interlaboratoires

Paramètre	Tourteau de soja 1	Tourteau de soja 2	Tourteau de soja 3	Tourteau de tournesol	Tourteau de colza
Nombre de laboratoires retenus après élimination des valeurs aberrantes	19	18	18	16	17
Moyenne globale, g/100 g	82,24	75,29	51,54	66,27	38,50
Ecart-type de répétabilité, S_r , g/100 g	1,21	0,62	1,34	2,03	1,37
Limite de répétabilité, r ($=2,8 S_r$)	3,38	1,73	3,75	5,68	3,82
Coefficient de variation de la répétabilité, $C_{V,r}$ (%)	1,47	0,82	2,60	3,06	3,55
Ecart-type de reproductibilité, S_R , g/100 g	3,04	2,77	4,19	4,60	4,47
Limite de reproductibilité, R ($= 2,8 S_R$)	8,51	7,75	11,73	12,87	12,52
Coefficient de variation de la reproductibilité, $C_{V,R}$ (%)	3,69	3,68	8,13	6,94	11,62