
**Tourteaux de graines oléagineuses —
Détermination de la teneur en huile —
Méthode par extraction à l'hexane (ou
à l'éther de pétrole)**

*Oilseed meals — Determination of oil content — Extraction method
with hexane (or light petroleum)*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 734:2015](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9b4f0cd7-9de7-498a-b457-976a547f9ba0/iso-734-2015)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9b4f0cd7-9de7-498a-b457-976a547f9ba0/iso-734-2015>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 734:2015

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9b4f0cd7-9de7-498a-b457-976a547f9ba0/iso-734-2015>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2015, Publié en Suisse

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
Ch. de Blandonnet 8 • CP 401
CH-1214 Vernier, Geneva, Switzerland
Tel. +41 22 749 01 11
Fax +41 22 749 09 47
copyright@iso.org
www.iso.org

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
Introduction	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principe	1
5 Réactif	1
6 Appareillage	1
7 Échantillonnage	2
8 Préparation de l'échantillon d'essai	2
9 Mode opératoire	3
9.1 Nombre de déterminations.....	3
9.2 Prise d'essai.....	3
9.3 Préséchage.....	3
9.4 Détermination.....	3
9.4.1 Préparation du ballon.....	3
9.4.2 Première extraction.....	3
9.4.3 Seconde extraction.....	3
9.4.4 Élimination du solvant et pesée de l'extrait.....	4
10 Expression des résultats	4
11 Fidélité	5
11.1 Essai interlaboratoires.....	5
11.2 Répétabilité.....	5
11.3 Reproductibilité.....	5
12 Rapport d'essai	5
Annexe A (informative) Résultats d'un essai interlaboratoires	6
Bibliographie	7

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 (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, 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/IEC, 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/brevets).

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.

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](http://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9b4f0cd7-9dc7-498a-b437-976a5479ba0/iso-734-2015).

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*.

Cette deuxième édition annule et remplace l'ISO 734-1:2006, qui a fait l'objet d'une nouvelle numérotation et d'une révision rédactionnelle.

Introduction

Une méthode de détermination de la teneur en huile des graines oléagineuses est spécifiée dans l'ISO 659. Il est donc 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.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 734:2015](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9b4f0cd7-9de7-498a-b457-976a547f9ba0/iso-734-2015)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9b4f0cd7-9de7-498a-b457-976a547f9ba0/iso-734-2015>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 734:2015

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9b4f0cd7-9de7-498a-b457-976a547f9ba0/iso-734-2015>

Tourteaux de graines oléagineuses — Détermination de la teneur en huile — Méthode par extraction à l'hexane (ou à l'éther de pétrole)

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination de l'extrait à l'hexane (ou à l'éther de pétrole), dite «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 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 771, *Tourteaux de graines oléagineuses — Détermination de la teneur en eau et en matières volatiles*

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

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

3.1

teneur en huile

totalité des substances extraites dans les conditions opératoires spécifiées dans la présente Norme internationale et exprimée en fraction massique rapporté au produit tel que reçu

Note 1 à l'article: La teneur en huile peut aussi être exprimée par rapport à la matière sèche.

4 Principe

Une prise d'essai du produit est extraite dans un appareil approprié, avec de l'hexane technique ou, à défaut, de l'éther de pétrole. Le solvant d'extraction est éliminé et l'extrait obtenu est pesé.

5 Réactif

Sauf spécification contraire, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue.

5.1 Hexane technique, *n*-hexane ou éther de pétrole, essentiellement constitué d'hydrocarbures à six atomes de carbone.

Moins de 5 % distillent au-dessous de 50 °C et plus de 95 % distillent entre 50 °C et 70 °C.

Pour l'un de ces solvants, le résidu à l'évaporation complète ne doit pas dépasser 2 mg pour 100 ml.

6 Appareillage

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

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, pour obtenir des particules pouvant traverser complètement un tamis de 1 mm d'ouverture de maille.

6.2 Microbroyeur mécanique, de type Dangoumau¹⁾ 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.

Dans les laboratoires où un microbroyeur n'est pas disponible, le microbroyage de l'échantillon broyé (voir 9.4.3) 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.

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

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

NOTE Les extracteurs directs du type Butt, Smalley, Twisselmann et Bolton-Williams²⁾ conviennent. 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.

6.5 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, et capable d'être maintenue à 103 °C ± 2 °C.

6.7 Dessiccateur, contenant un agent déshydratant efficace.

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

6.9 Balance analytique, capable de peser à ±0,001 g près.

7 Échantillonnage

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

L'échantillonnage ne fait pas partie de la méthode spécifiée dans la présente Norme internationale. Une méthode d'échantillonnage recommandée est donnée dans l'ISO 5500.

8 Préparation de l'échantillon d'essai

8.1 Préparer l'échantillon d'essai conformément à l'ISO 5502.

1) Dangoumau est un exemple de microbroyeur mécanique approprié, disponible dans le commerce. Cette information est donnée par souci de commodité à l'intention des utilisateurs de la présente Norme internationale et ne saurait constituer un engagement de l'ISO à l'égard de ce produit.

2) Butt, Smalley, Twisselmann ou Bolton-Williams sont des exemples d'extracteurs directs appropriés, disponibles dans le commerce. Cette information est donnée par souci de commodité à l'intention des utilisateurs de la présente Norme internationale et ne saurait constituer un engagement de l'ISO à l'égard de ce produit.

8.2 Broyer l'échantillon pour analyse, 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, puis rejeter cette mouture. Ensuite, broyer le reste, recueillir la mouture, la mélanger soigneusement et effectuer la détermination sans délai.

9 Mode opératoire

9.1 Nombre de déterminations

S'il y a lieu de vérifier si l'exigence de répétabilité (11.2) est satisfaite, effectuer deux déterminations séparées conformément à 9.2 à 9.4.4.

9.2 Prise d'essai

9.2.1 Peser, à 0,001 g près, environ 10 g de l'échantillon d'essai (8.2).

9.2.2 Transférer la prise d'essai dans la cartouche d'extraction (6.3) et boucher celle-ci avec un tampon d'ouate (6.3). En cas d'utilisation d'un papier-filtre, emballer la prise d'essai dans ce papier.

9.3 Préséchage

Si la prise d'essai est très humide [teneur en eau et en matières volatiles supérieures à 10 % (fraction massique)], laisser séjourner un certain temps la cartouche remplie dans une étuve réglée à une température maximale de 80 °C, pour ramener la teneur en eau et en matières volatiles au-dessous de 10 % (fraction massique).

En variante au mode opératoire de préséchage décrit ci-dessus, la prise d'essai (9.2.1) peut être mélangée dans un récipient approprié avec 2 g à 3 g de sulfate de sodium anhydre de qualité analytique pour 5 g de mouture. Poursuivre comme indiqué en 9.2.2 et en 9.4.

9.4 Détermination

9.4.1 Préparation du ballon

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

9.4.2 Première extraction

Placer, dans l'appareillage d'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'appareillage d'extraction sur le bain à chauffage électrique ou sur la plaque chauffante (6.5). Conduire le chauffage dans des conditions telles que le débit de reflux soit d'au moins trois gouttes par seconde (ébullition modérée, non tumultueuse).

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

9.4.3 Seconde extraction

Vider la cartouche dans le microbroyeur (6.2) et broyer aussi finement que possible. Replacer le mélange dans la cartouche et placer celle-ci dans l'appareillage d'extraction. Extraire de nouveau durant 2 h, en utilisant le même 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.