
Norme internationale



2171

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

Céréales, légumineuses et produits dérivés — Détermination des cendres

Cereals, pulses and derived products — Determination of ash

Deuxième édition — 1980-05-15

CDU 635.6 : 543.82

Réf. n° : ISO 2171-1980 (F)

Descripteurs : produit agricole, produit céréalier, légumineuse en grain, céréale en grain, analyse chimique, dosage, cendre, méthode par incinération.

Prix basé sur 3 pages

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 2171 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits agricoles alimentaires*.

Cette deuxième édition fut soumise directement au Conseil de l'ISO, conformément au paragraphe 5.10.1 de la partie 1 des Directives pour les travaux techniques de l'ISO. Elle annule et remplace la première édition (ISO 2171-1972), qui avait été approuvée par les comités membres des pays suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	Espagne	Pologne
Allemagne, R. F.	Hongrie	Roumanie
Australie	Inde	Royaume-Uni
Autriche	Iran	Sri Lanka
Chili	Irlande	Tchécoslovaquie
Corée, Rép. dém. p. de	Israël	Turquie
Corée, Rép. de	Nouvelle-Zélande	URSS
Égypte, Rép. arabe d'	Pays-Bas	

Aucun comité membre ne l'avait désapprouvée.

NOTE — La méthode A (incinération à 900 °C) décrite dans la présente Norme internationale est basée sur la norme n° 104 de l'Association internationale de chimie céréalière (ICC).

Céréales, légumineuses et produits dérivés — Détermination des cendres

0 Introduction

Compte tenu de l'expérimentation actuelle, deux méthodes ont été normalisées pour la détermination des cendres dans les céréales, les légumineuses et leurs produits dérivés. Les méthodes se différencient essentiellement entre elles par la température d'incinération (900 ± 25 °C ou 550 ± 10 °C) et, par conséquent par leur domaine d'application.

Les deux méthodes ont la même reproductibilité, mais elles ne donnent pas toujours les mêmes résultats. Il convient de souligner qu'en technologie meunière et semoulière, ainsi que pour les transactions commerciales, l'incinération à 900 ± 25 °C est généralement préférée, en raison de sa plus grande rapidité. La méthode d'incinération à 550 ± 10 °C, plus lente, est par contre, d'usage plus général.

La description de deux méthodes différentes dans la même Norme internationale a été rendue nécessaire du fait que les laboratoires et les analystes effectuant ces essais doivent avoir des méthodes normalisées appropriées pour la détermination des cendres dans les céréales et leurs produits dérivés, et aussi dans les légumineuses et leurs produits dérivés.

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie deux méthodes de détermination des cendres dans les céréales, les légumineuses et leurs produits dérivés :

- a) méthode A, par incinération à 900 °C, applicable aux céréales et à leurs produits de mouture destinés à l'alimentation humaine;
- b) méthode B, par incinération à 550 °C, applicable aux produits dérivés des céréales autres que les produits de mouture destinés à l'alimentation humaine, aux farines de céréales composées utilisées pour la fabrication des produits diététiques, aux légumineuses et à leurs produits dérivés.

La méthode B ne devrait pas être utilisée dans le cas des céréales et de leurs produits de mouture destinés à l'alimentation humaine, la méthode A étant plus rapide et généralement utilisée dans les contrats commerciaux.

La présente Norme internationale n'est applicable ni aux amidons et à leurs produits dérivés, ni aux céréales et à leurs produits dérivés destinés à l'alimentation animale, pour lesquels des méthodes sont décrites respectivement dans l'ISO 3593 et

dans l'ISO 5984; elle n'est également pas applicable aux semences de céréales et de légumineuses.

2 Références

ISO 712, *Céréales et produits céréaliers — Détermination de la teneur en eau (Méthode de référence pratique)*.

ISO 950, *Céréales — Échantillonnage (des grains)*.

ISO 951, *Légumineuses en sacs — Échantillonnage*.

ISO 2170, *Céréales et légumineuses — Échantillonnage des produits de mouture*.

ISO 3593, *Amidons et féculés — Détermination des cendres*.

ISO 5984, *Aliments des animaux — Détermination des cendres brutes*.

3 Définition

cendres : Selon la méthode utilisée :

- a) résidu obtenu après incinération à 900 ± 25 °C dans les conditions décrites (méthode A);
- b) résidu obtenu après incinération à 550 ± 10 °C dans les conditions décrites (méthode B).

4 Principe

4.1 Méthode A

Incinération d'une prise d'essai dans une atmosphère oxydante, à une température de 900 ± 25 °C, jusqu'à combustion complète de la matière organique, et pesée du résidu obtenu.

4.2 Méthode B

Incinération d'une prise d'essai dans une atmosphère oxydante, à une température de 550 ± 10 °C, jusqu'à combustion complète de la matière organique et obtention d'une masse constante.

5 Réactif

5.1 Éthanol, solution à 95 % (V/V) minimum, ou huile végétale exempte de résidu à l'incinération.

6 Appareillage

6.1 Broyeur (pour grains ou produits grossiers, si nécessaire), ayant les caractéristiques suivantes :

- a) facile à nettoyer et présentant un espace mort minimal;
- b) permettant un broyage rapide et uniforme, sans provoquer d'échauffement sensible et en évitant au maximum le contact avec l'air extérieur.

6.2 Capsule à incinération, de préférence en platine ou en tout autre matériau non attaqué dans les conditions de l'essai, d'au moins 20 ml de capacité, à fond plat, d'au moins 15 cm² de surface utile (par exemple diamètre de 50 à 55 mm, hauteur de 15 à 20 mm).

Nettoyer la capsule à incinération, qu'elle soit neuve ou usagée, par exemple avec de l'acide chlorhydrique dilué bouillant, puis la rincer abondamment au moyen d'eau ordinaire et, ensuite, d'eau distillée.

Immédiatement avant l'emploi, chauffer la capsule dans le four (6.4) réglé à une température correspondant à la température d'incinération, la laisser refroidir à la température ambiante dans l'appareil pour refroidissement (6.5) et la peser à 0,000 1 g près.

6.3 Plaque chauffante électrique, ou brûleur à gaz.

6.4 Four électrique, à circulation adéquate d'air, muni d'un dispositif de contrôle de la température, comportant une enceinte réfractaire non susceptible de perdre des particules à la température d'incinération et réglable à la température convenant à la méthode utilisée.

6.5 Appareil pour refroidissement en atmosphère ne permettant pas de reprise d'humidité, par exemple dessiccateur garni d'un agent déshydratant efficace.

6.6 Baguettes en verre, avec une extrémité aplatie.

6.7 Balance analytique.

6.8 Plaque unie thermorésistante.

7 Échantillonnage

Préparer un échantillon pour laboratoire en opérant conformément à l'ISO 950, l'ISO 951 ou l'ISO 2170, selon le cas.

8 Mode opératoire

8.1 Préparation de l'échantillon pour essai

8.1.1 Céréales et légumineuses entières ou grossièrement moulues

Mettre en marche le broyeur (6.1) avec quelques grammes du produit et rejeter le produit de mouture.

Ensuite, mouler dans le broyeur 2 à 6 g du produit, selon le taux de cendres présumé. Dans le cas des céréales et des légumineuses entières, il est recommandé de prendre la totalité des produits résultant de la mouture comme prise d'essai, afin d'éviter la séparation possible des différents composants de l'amande.

8.1.2 Produits finement moulus

Les produits de mouture qui ont des particules de dimensions inférieures ou égales à 1,7 mm, dont moins de 10 % (m/m) sont supérieures à 1 mm et plus de 50 % (m/m) inférieures à 0,5 mm, ne nécessitent pas de broyage supplémentaire.

8.2 Prise d'essai

Dans la capsule à incinération préparée et tarée comme indiqué en 6.2, introduire 2 à 6 g de l'échantillon pour essai (8.1.1 ou 8.1.2), selon le taux de cendres présumé. Répartir la matière en couche d'épaisseur uniforme, sans la tasser, et peser rapidement à 0,001 g près.

Ne pas dépasser 0,3 g de produit par centimètre carré de surface utile de la capsule.

8.3 Détermination de la teneur en eau

Effectuer immédiatement la détermination de la teneur en eau conformément à l'ISO 712.

8.4 Préparation pour l'incinération

Afin d'obtenir une incinération uniforme, humecter la prise d'essai dans la capsule, immédiatement avant la préincinération, au moyen de 1 à 2 ml d'éthanol ou d'huile végétale (5.1).

8.5 Méthode A

8.5.1 Préincinération

La porte du four (6.4) étant ouverte, placer la capsule et son contenu à l'entrée du four, préalablement chauffé à 900 ± 25 °C, jusqu'à ce que la matière s'enflamme. S'assurer que la combustion n'est pas trop rapide, de façon que des particules solides de la substance ne soient pas éjectées.

8.5.2 Incinération

Aussitôt après l'extinction de la flamme, placer avec précaution la capsule dans le four (6.4) réglé à 900 ± 25 °C. Poursuivre l'incinération jusqu'à combustion complète de la substance, y

compris les particules charbonneuses qui peuvent être incluses dans le résidu.

NOTE — A cette température, l'incinération d'une prise d'essai produisant moins de 1 % (*m/m*) de cendres devrait être terminée en moins de 2 h.

8.5.3 Pesée du résidu

L'incinération étant terminée, après l'obtention d'une constance de coloration, retirer la capsule du four, la laisser refroidir, par exemple sur la plaque unie thermorésistante (6.8), durant 1 min, puis dans l'appareil pour refroidissement (6.5) (voir la note); dès qu'elle a atteint la température ambiante, la peser rapidement à 0,000 1 g près à cause du caractère hygroscopique des cendres.

NOTE — Dans le cas d'essais en série, ne pas mettre plus de quatre capsules à la fois dans l'appareil pour refroidissement (6.5).

8.6 Méthode B

8.6.1 Préincinération

Placer la capsule et son contenu sur la plaque chauffante électrique ou le brûleur à gaz (6.3). Chauffer avec précaution jusqu'à ce que la matière s'enflamme. S'assurer que la combustion n'est pas trop rapide, de façon que des particules solides de la substance ne soient pas éjectées.

8.6.2 Incinération

Aussitôt après l'extinction de la flamme, placer avec précaution la capsule dans le four (6.4) préalablement chauffé à 550 ± 10 °C. Poursuivre l'incinération jusqu'à combustion complète de la substance, y compris les particules charbonneuses qui peuvent être incluses dans le résidu.

NOTE — En vue d'accélérer l'incinération, sortir la capsule du four et la mettre à refroidir sur la plaque unie thermorésistante (6.8), humecter le contenu de la capsule avec quelques gouttes d'eau distillée et remuer les particules charbonneuses à l'aide d'une baguette en verre (6.6).

Rincer la baguette au moyen d'eau distillée, en la faisant couler dans la capsule, et évaporer l'eau. Replacer la capsule dans le four, puis chauffer graduellement et avec précaution.

8.6.3 Pesée du résidu

L'incinération étant terminée, retirer la capsule du four, la laisser refroidir, par exemple sur la plaque unie thermorésistante (6.8), durant 1 min, puis dans l'appareil pour refroidissement (6.5) (voir la note); dès qu'elle a atteint la température ambiante, la peser rapidement à 0,000 1 g près à cause du caractère hygroscopique des cendres.

NOTE — Dans le cas d'essais en série, ne pas mettre plus de quatre capsules à la fois dans l'appareil pour refroidissement (6.5).

Répéter le chauffage et la pesée (après refroidissement) jusqu'à l'obtention d'une masse constante, c'est-à-dire jusqu'à ce que la différence entre deux pesées successives, séparées par 1 h de chauffage complémentaire, ne dépasse pas 0,000 2 g.

8.7 Nombre de déterminations

Effectuer au moins deux déterminations sur le même échantillon pour essai.

9 Expression des résultats

9.1 Mode de calcul et formule

Le taux de cendres, exprimé en pourcentage en masse rapporté à la matière sèche, est égal à

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

où

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai (8.2);

m_1 est la masse, en grammes, du résidu (8.5.3 ou 8.6.3);

H est la teneur en eau, exprimée en pourcentage en masse, de l'échantillon pour essai (voir 8.3).

Prendre comme résultat la moyenne arithmétique des deux déterminations si les conditions de répétabilité (voir 9.2) sont remplies.

Exprimer le résultat à 0,01 % (*m/m*) près.

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

0,02 (en valeur absolue) pour des taux de cendres inférieurs à 1 % (*m/m*);

2 % de la valeur moyenne pour des taux de cendres supérieurs à 1 % (*m/m*).

Si la différence dépasse ces limites, l'essai doit être recommencé en double.

10 Procès-verbal d'essai

Le procès-verbal d'essai doit indiquer la méthode utilisée et le résultat obtenu. 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. En particulier, les informations suivantes doivent être indiquées :

- la température d'incinération adoptée;
- l'emploi éventuel d'huile végétale ou d'éthanol;
- si une nouvelle détermination a été nécessaire.

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

