
Maïs — Détermination de la teneur en eau (sur grains broyés et sur grains entiers)

Maize — Determination of moisture content (on milled grains and on whole grains)

iTeh Standards
(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview

ISO 6540:2021

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/10a5a7f9-e51a-4ab8-9c46-3e587fa43a05/iso-6540-2021>



iTeh Standards
(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview

ISO 6540:2021

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/10a5a7f9-e51a-4ab8-9c46-3e587fa43a05/iso-6540-2021>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2021

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, 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, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée 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 401 • Ch. de Blandonnet 8
CH-1214 Vernier, Genève
Tél.: +41 22 749 01 11
E-mail: copyright@iso.org
Web: www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
Introduction	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Méthode de référence	1
4.1 Principe	1
4.2 Appareillage	1
4.3 Échantillonnage	2
4.4 Préparation de l'échantillon pour essai	2
4.4.1 Produits ne nécessitant pas de broyage	2
4.4.2 Produits nécessitant un broyage	3
4.5 Mode opératoire	3
4.5.1 Nombre de déterminations	3
4.5.2 Prise d'essai	3
4.5.3 Séchage	4
4.5.4 Pesée	4
4.6 Expression des résultats	4
4.7 Fidélité	5
4.7.1 Essai interlaboratoires	5
4.7.2 Répétabilité	5
4.7.3 Reproductibilité	5
4.7.4 Comparaison de deux groupes de mesures dans un laboratoire	5
4.7.5 Comparaison de deux groupes de mesures dans deux laboratoires	6
4.7.6 Incertitude	6
4.7.7 Comparaison avec la méthode absolue	6
4.8 Notes sur le mode opératoire	6
4.9 Rapport d'essai	6
5 Méthode pratique sur grains entiers	7
5.1 Principe	7
5.2 Appareillage	8
5.3 Échantillonnage	8
5.4 Mode opératoire	8
5.4.1 Prise d'essai	8
5.4.2 Séchage	8
5.4.3 Nombre de déterminations	8
5.5 Expression des résultats	9
5.5.1 Méthode de calcul et formules	9
5.5.2 Répétabilité	9
5.5.3 Reproductibilité	9
5.5.4 Comparaison de deux groupes de mesures dans un laboratoire	9
5.5.5 Comparaison de deux groupes de mesures dans deux laboratoires	10
5.5.6 Application des limites de fidélité	10
5.6 Remarque	10
5.7 Rapport d'essai	10
Annexe A (informative) Méthode absolue	12
Annexe B (informative) Essai interlaboratoires	19
Annexe C (informative) Application des données de fidélité pour la méthode sur des grains entiers	25
Bibliographie	26

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 attirée 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 nature volontaire des normes, 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'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: www.iso.org/iso/fr/avant-propos.html.

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 34, *Produits alimentaires*, sous-comité SC 4, *Céréales et légumineuses*, en collaboration avec le comité technique CEN/TC 338, *Céréales et produits céréaliers*, du Comité européen de normalisation (CEN), conformément à l'Accord de coopération technique entre l'ISO et le CEN (Accord de Vienne).

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 6540:1980), qui a fait l'objet d'une révision technique. Les principales modifications par rapport à l'édition précédente sont les suivantes:

- Les Articles 7 à 10 et 17 à 20 (désormais renumérotés [4.5](#) à [4.9](#) et [5.4](#) à [5.7](#)) et les annexes ont été révisés.

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse www.iso.org/fr/members.html.

Introduction

La méthode de référence fondamentale et la méthode de référence pratique relatives aux céréales (voir l'ISO 712) ne sont applicables qu'aux céréales autres que le maïs et aux produits céréaliers. Par conséquent, le présent document a été élaboré en vue de spécifier les deux méthodes applicables au maïs sur la base des travaux de recherche publiés en 1979^[4].

La méthode de référence fondamentale relative au maïs, appelée «méthode absolue», qui demande un matériel particulier et un personnel expérimenté, ne peut être appliquée que dans des laboratoires spécialisés.

Du fait des très hautes teneurs en eau pouvant être présentes dans les échantillons de maïs (parfois supérieures à 40 % en fraction massique) et du fait de la dimension et de la texture des grains, le dosage de l'eau dans le maïs pose des problèmes au niveau de son broyage et de son préséchage.

En conséquence, si l'on veut éviter ce préséchage et ce broyage, le présent document décrit également une méthode pratique sur grains entiers qui est plus facile d'emploi et permet un travail en série. Son temps de réponse est plus long, mais la charge de travail est moins importante en raison de l'absence de broyage. Cependant, cette méthode pratique sur grains entiers comporte un biais positif d'environ 0,30 % en fraction massique comparé à la méthode de référence.

iTeh Standards
(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview

ISO 6540:2021

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/10a5a7f9-e51a-4ab8-9c46-3e587fa43a05/iso-6540-2021>

Maïs — Détermination de la teneur en eau (sur grains broyés et sur grains entiers)

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie deux méthodes:

- une méthode de référence pour la détermination de la teneur en eau des grains de maïs et de la mouture de maïs entier, des gruaux et de la farine de maïs; voir l'Article 4;
- une méthode pratique pour l'évaluation de la teneur en eau des grains de maïs, en opérant sur les grains entiers; voir l'Article 5.

Cette dernière ne convient ni pour des expertises ni pour l'étalonnage ou le contrôle des humidimètres en raison de son biais important par rapport à la méthode de référence (voir le Tableau B.3).

2 Références normatives

Le présent document ne contient aucune référence normative.

3 Termes et définitions

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

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <https://www.iso.org/obp>

- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>

3.1

teneur en eau du maïs

perte de masse subie par un produit dans des conditions spécifiées

Note 1 à l'article: Elle est exprimée en pourcentage.

4 Méthode de référence

4.1 Principe

Broyage éventuel d'un échantillon, après conditionnement préalable si nécessaire. Séchage d'une prise d'essai à une température comprise entre 130 °C et 133 °C, dans des conditions permettant d'obtenir un résultat concordant avec celui qui est obtenu par la méthode absolue (voir l'Annexe A).

4.2 Appareillage

4.2.1 Balance analytique, permettant des pesées à $\pm 0,001$ g près et ayant donc une précision d'affichage de 0,000 1 g.

4.2.2 Balance analytique, permettant des pesées à $\pm 0,1$ g près et ayant donc une précision d'affichage de 0,01 g.

4.2.3 Broyeur, ayant les caractéristiques suivantes:

- a) construit en matériau n'absorbant pas l'humidité;
- b) facile à nettoyer et présentant un espace mort minimal;
- c) permettant un broyage rapide et uniforme de 30 g de grains de maïs, sans provoquer d'échauffement sensible et en évitant au maximum le contact avec l'air extérieur;
- d) pouvant être réglé de façon à obtenir des dimensions de particules correspondant à celles indiquées en [4.4.1](#).

4.2.4 Nacelle métallique, sans couvercle, ayant une surface utile permettant d'obtenir la répartition de 100 g de grains de maïs en couche unique.

4.2.5 Capsule métallique, de dimensions appropriées, non attaquable dans les conditions de l'essai, ou, à défaut, **capsule en verre**, munie d'un couvercle suffisamment étanche et ayant une surface utile permettant d'obtenir une répartition de la prise d'essai d'au maximum 0,3 g par centimètre carré.

4.2.6 Étuve isotherme, à chauffage électrique, réglable entre 60 °C et 80 °C, et possédant une ventilation suffisante.

4.2.7 Étuve isotherme, à chauffage électrique, réglable de façon que la température de l'air et des plateaux porte-échantillons soit comprise entre 130 °C et 133 °C au voisinage des prises d'essai, en condition de fonctionnement normal.

L'étuve doit avoir une capacité calorifique telle que, réglée préalablement à une température de 131 °C, elle puisse atteindre à nouveau cette température moins de 45 min (de préférence, moins de 30 min) après la mise en place du nombre maximal de prises d'essai pouvant sécher simultanément.

L'efficacité de la ventilation doit être déterminée en utilisant comme matériau d'essai une semoule de blé dur ayant une dimension maximale de particules de 1 mm. La ventilation doit être telle qu'après insertion du nombre maximal de prises d'essai que l'étuve peut recevoir et séchage à une température comprise entre 130 °C et 133 °C, les résultats, après une période de chauffage des mêmes prises d'essai durant 2 h puis durant 1 h supplémentaire, ne présentent pas entre eux d'écart supérieur à 0,15 g d'eau par 100 g d'échantillon.

4.2.8 Dessiccateur, garni d'un agent déshydratant efficace.

4.3 Échantillonnage

L'échantillonnage ne fait pas partie de la méthode spécifiée dans le présent document. Une méthode d'échantillonnage recommandée est indiquée dans l'ISO 24333.

Il convient que le laboratoire reçoive un échantillon réellement représentatif, dans un emballage étanche, n'ayant pas été endommagé ou modifié lors du transport et de l'entreposage.

4.4 Préparation de l'échantillon pour essai

4.4.1 Produits ne nécessitant pas de broyage

Les produits qui ont des particules de dimensions inférieures ou égales à 1,7 mm, dont moins de 10 % en fraction massique sont supérieures à 1 mm et plus de 50 % en fraction massique sont inférieures à 0,5 mm, n'ont pas besoin d'être broyés avant la détermination.

Bien homogénéiser l'échantillon pour laboratoire avant de prélever la prise d'essai (voir [4.5.3](#)).

4.4.2 Produits nécessitant un broyage

4.4.2.1 Généralités

Si l'échantillon pour laboratoire ne correspond pas aux caractéristiques granulométriques mentionnées en 4.4.1, il est nécessaire de le broyer sans conditionnement préalable (4.4.2.2) ou avec conditionnement préalable (4.4.2.3), selon le cas.

4.4.2.2 Broyage sans conditionnement préalable

Pour les produits qui ne risquent pas de subir des variations de teneur en eau au cours du broyage (en général lorsque la teneur en eau est comprise entre 9,00 % et 15,00 % en fraction massique; voir 4.8), effectuer le broyage sans conditionnement préalable.

Régler le broyeur (4.2.3) pour obtenir des particules ayant les dimensions indiquées en 4.4.1.

Broyer ensuite rapidement environ 30 g de l'échantillon pour laboratoire, puis homogénéiser au moyen d'une spatule et opérer immédiatement conformément à 4.5.1.

4.4.2.3 Broyage avec conditionnement préalable

Les produits risquant de subir des variations de teneur en eau au cours du broyage (en général lorsque la teneur en eau est supérieure à 15,00 % ou inférieure à 9,00 % en fraction massique) doivent être préalablement conditionnés de façon à amener leur teneur en eau entre 9,00 % et 15,00 % en fraction massique (voir 4.8), avant le broyage.

Si la teneur en eau est supérieure à 15,00 % en fraction massique (cas le plus fréquent), peser, à 0,1 g près, environ 100 g de l'échantillon pour laboratoire dans la nacelle métallique (4.2.4), placer celle-ci dans l'étuve (4.2.7) réglée entre 60 °C et 80 °C, et l'y laisser séjourner le temps nécessaire pour ramener la teneur en eau entre 9,00 % et 15,00 % en fraction massique. Retirer la nacelle de l'étuve et la laisser reposer dans l'atmosphère du laboratoire le temps nécessaire (au moins 2 h) pour ramener l'échantillon préconditionné à la température du laboratoire et obtenir une répartition de l'eau relativement homogène. Pendant ce repos, il faut s'assurer qu'aucun matériau n'est ajouté ou retiré du contenu de la nacelle. Si nécessaire, la recouvrir avec une feuille de papier, mais pas avec un couvercle, car cela pourrait limiter l'échange d'humidité entre l'air et le grain.

Après conditionnement, peser l'échantillon à 0,1 g près, puis, en opérant rapidement, broyer environ 30 g de ce produit. Homogénéiser au moyen d'une spatule.

Si la teneur en eau est inférieure à 9,00 % en fraction massique, placer environ 100 g de l'échantillon pour laboratoire, pesés à 0,1 g près, dans une atmosphère appropriée (en général celle du laboratoire) et les y laisser séjourner jusqu'à l'obtention d'une teneur en eau comprise dans les limites spécifiées ci-dessus.

4.5 Mode opératoire

4.5.1 Nombre de déterminations

Effectuer deux déterminations pour chaque échantillon pour laboratoire.

Effectuer une détermination sur chacune des deux prises d'essai broyées prélevées à partir de l'échantillon pour laboratoire conformément à 4.5.2 à 4.5.4. Si la différence absolue entre les deux résultats est supérieure à la limite de répétabilité indiquée en 4.7.2, répéter la détermination jusqu'à ce que les exigences soient satisfaites.

4.5.2 Prise d'essai

Pour chaque échantillon, tarer à 0,001 g près deux capsules métalliques (4.2.5). Pour chaque capsule, noter la tare t .

Peser rapidement, à 0,001 g près, environ (8 ± 1) g de l'échantillon pour essai (voir 4.4.1, 4.4.2.2 ou 4.4.2.3, selon le cas) dans la capsule. Noter la masse m'_0 .

4.5.3 Séchage

Introduire la capsule ouverte contenant la prise d'essai et son couvercle dans l'étuve (4.2.7) réglée entre 130 °C et 133 °C et les y laisser séjourner durant 4 h \pm 5 min.

Ne jamais introduire des produits humides dans une étuve contenant des prises d'essai en fin de déshydratation, ni ouvrir la porte de l'étuve durant le séchage, ni introduire de nouveaux échantillons pour essai humides avant de retirer les prises d'essai sèches, car cela aurait pour conséquence de les réhydrater.

À la fin du temps de séchage et en opérant rapidement, retirer la capsule de l'étuve, la couvrir et la placer dans le dessiccateur (4.2.8). Dans le cas d'essais en série simultanés, ne jamais superposer les capsules dans le dessiccateur.

4.5.4 Pesée

Dès que la capsule est refroidie à la température du laboratoire (en général entre 30 min et 45 min après la mise en place dans le dessiccateur), la peser à 0,001 g près. Noter la masse m'_1 .

4.6 Expression des résultats

La teneur en eau, w_{H_2O} , exprimée en pourcentage en masse, du produit tel qu'il est reçu, est donnée par les Formules (1) et (2):

a) sans conditionnement préalable:

$$w_{H_2O} = (m_0 - m_1) \frac{100}{m_0} \quad (1)$$

où

$m_0 = m'_0 - t$ est la masse, en grammes, de la prise d'essai (voir 4.5.3);

$m_1 = m'_1 - t$ est la masse, en grammes, de la prise d'essai après séchage (voir 4.5.4);

t est la tare de la capsule, en grammes (voir 4.5.2).

b) avec conditionnement préalable:

$$w_{H_2O} = \left[(m_0 - m_1) \frac{m_3}{m_0} + m_2 - m_3 \right] \frac{100}{m_2} \quad (2)$$

$$w_{H_2O} = 100 \left(1 - \frac{m_1 m_3}{m_0 m_2} \right)$$

où

m_0 et m_1 ont la même signification qu'en a) ci-dessus;

m_2 est la masse, en grammes, de l'échantillon avant conditionnement (voir 4.4.2.3);

m_3 est la masse, en grammes, de l'échantillon après conditionnement (voir 4.4.2.3).

Prendre comme résultat la moyenne des deux valeurs obtenues, si les conditions de répétabilité (voir 4.7.2) sont remplies. Dans le cas contraire, recommencer les déterminations.

Exprimer le résultat avec deux décimales.

4.7 Fidélité

4.7.1 Essai interlaboratoires

Les détails d'un essai interlaboratoires sur la fidélité de la méthode sont résumés dans l'[Annexe B](#). Les valeurs dérivées de cet essai ne sont applicables qu'à des plages de teneur en eau allant de 11,90 % à 39,20 % et à la matrice étudiée (maïs).

4.7.2 Répétabilité

La différence absolue entre deux résultats d'essai individuels indépendants obtenus avec la même méthode, sur le même matériau d'essai, dans le même laboratoire et par le même opérateur utilisant le même équipement dans un court intervalle de temps, ne doit dépasser la limite de répétabilité r que dans 5 % des cas au plus.

Pour le maïs avec une teneur en eau comprise entre 11,90 % et 39,20 %:

- $r = 2,8 S_r$
- $r = 2,8 \times 0,07 = 0,19$

4.7.3 Reproductibilité

La reproductibilité est la différence absolue entre deux résultats d'essai individuels obtenus avec la même méthode, sur le même matériau d'essai, dans des laboratoires différents, par des opérateurs différents utilisant des équipements différents.

Dans la pratique, il n'est pas approprié de comparer les résultats de deux laboratoires si l'essai en question impose des conditions de répétabilité.

L'outil de comparaison approprié est la différence critique telle que décrite en [4.7.5](#).

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/10a5a7f9-e51a-4ab8-9c46-3e587fa43a05/iso-6540-2021>

4.7.4 Comparaison de deux groupes de mesures dans un laboratoire

La différence critique (D_r) est l'écart entre deux valeurs moyennées obtenues à partir de deux résultats d'essai dans des conditions de répétabilité. Comme chaque résultat est la moyenne de deux valeurs (voir [4.6](#)), la comparaison des deux résultats de teneur en eau doit être effectuée à l'aide de la différence critique.

La D_r entre deux valeurs moyennées obtenues chacune à partir de deux résultats d'essai dans des conditions de répétabilité est donnée par la [Formule \(3\)](#):

$$D_r = 2,8S_r \sqrt{\frac{1}{2n_1} + \frac{1}{2n_2}} = 2,8S_r \sqrt{\frac{1}{2}} = 1,98S_r = 0,14 \quad (3)$$

où

S_r est l'écart-type de répétabilité;

n_1 et n_2 correspondent au nombre de résultats d'essai pour chacune des valeurs moyennées.