

---

---

**Céréales, légumineuses et produits  
dérivés — Détermination du taux de  
cendres par incinération**

*Cereals, pulses and by-products — Determination of ash yield by  
incineration*

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 2171:2023

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/17c3a5fc-f654-43a9-b7ed-c8302f5ab3f0/iso-2171-2023>



iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 2171:2023

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/17c3a5fc-f654-43a9-b7ed-c8302f5ab3f0/iso-2171-2023>



**DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT**

© ISO 2023

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](mailto:copyright@iso.org)  
Web: [www.iso.org](http://www.iso.org)

Publié en Suisse

## Sommaire

Page

Avant-propos .....	iv
<b>1</b> <b>Domaine d'application</b> .....	<b>1</b>
<b>2</b> <b>Références normatives</b> .....	<b>1</b>
<b>3</b> <b>Termes et définitions</b> .....	<b>1</b>
<b>4</b> <b>Principe</b> .....	<b>2</b>
<b>5</b> <b>Réactifs</b> .....	<b>2</b>
<b>6</b> <b>Appareillage</b> .....	<b>2</b>
<b>7</b> <b>Échantillonnage</b> .....	<b>3</b>
<b>8</b> <b>Préparation de l'échantillon pour essai</b> .....	<b>3</b>
<b>9</b> <b>Mode opératoire</b> .....	<b>3</b>
9.1    Températures d'incinération .....	3
9.2    Détermination de la teneur en eau .....	4
9.3    Préparation des capsules à incinération .....	4
9.4    Préparation de la prise d'essai .....	4
9.5    Préincinération .....	4
9.6    Incinération .....	4
9.7    Nombre de déterminations .....	5
<b>10</b> <b>Expression des résultats</b> .....	<b>5</b>
<b>11</b> <b>Fidélité</b> .....	<b>6</b>
11.1   Essais interlaboratoires .....	6
11.2   Répétabilité, $r$ .....	6
11.3   Reproductibilité, $R$ .....	6
11.4   Différence critique .....	6
11.4.1   Comparaison de deux groupes de mesures dans un laboratoire .....	6
11.4.2   Comparaison de deux groupes de mesures dans deux laboratoires .....	7
11.5   Incertitude, $U$ .....	7
<b>12</b> <b>Rapport d'essai</b> .....	<b>7</b>
<b>Annexe A (informative) Résultats des essais interlaboratoires</b> .....	<b>8</b>
<b>Annexe B (informative) Application pratique des limites de répétabilité et de reproductibilité</b> .....	<b>11</b>
<b>Bibliographie</b> .....	<b>12</b>

## 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](http://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](http://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 [www.iso.org/avant-propos](http://www.iso.org/avant-propos).

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 cinquième édition annule et remplace la quatrième édition (ISO 2171:2007), qui a fait l'objet d'une révision technique. Les principales modifications sont les suivantes:

- mise à jour du domaine d'application;
- ajout du gel de silice en tant qu'agent dessiccant ([5.2](#));
- remplacement de l'utilisation de capsules en platine et d'une température d'incinération de 900 °C pour l'analyse de la farine par une température de 900 °C ou de 550 °C (voir [Tableau 1](#));
- mise à jour de la différence critique interlaboratoires ( $C_{D,R}$ ) en [11.4.2](#).

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](http://www.iso.org/fr/members.html).

# Céréales, légumineuses et produits dérivés — Détermination du taux de cendres par incinération

## 1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode de détermination du taux de cendres dans les céréales, les légumineuses et leurs produits de mouture destinés à l'alimentation humaine. Les matériaux et produits sources sont:

- a) les graines de céréales;
- b) les farines et les semoules;
- c) les autres produits de mouture (sons et produits à forte teneur en son, remoulages);
- d) les farines de céréales composées;
- e) les produits dérivés des céréales autres que c) (tels que le gluten de blé, le gruau de maïs, les brisures de riz);
- f) les légumineuses et leurs produits dérivés (farine).

Le présent document ne s'applique ni aux amidons et produits dérivés des amidons (voir l'ISO 3593), ni aux produits destinés à l'alimentation animale (voir l'ISO 5984) ni aux semences.

## 2 Références normatives

Les documents suivants sont cités dans le texte de sorte qu'ils constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences 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 712, *Céréales et produits céréaliers — Détermination de la teneur en eau — Méthode de référence*

ISO 6540, *Maïs — Détermination de la teneur en eau (sur grains broyés et sur grains entiers)*

ISO 24557, *Légumineuses — Détermination de la teneur en eau — Méthode par séchage à l'étuve*

## 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 <https://www.electropedia.org/>

### 3.1

#### **cendres**

résidu incombustible obtenu après incinération

Note 1 à l'article: Cela est conforme à la méthode indiquée dans le présent document.

### 3.2 différence critique

écart entre deux valeurs moyennées obtenues à partir de deux résultats d'essai sous des conditions de répétabilité

## 4 Principe

Incinération d'une prise d'essai jusqu'à combustion complète des matières organiques puis pesée du résidu obtenu. Le résidu obtenu est floconneux après incinération à  $(550 \pm 10)$  °C et vitrifié après incinération à  $(900 \pm 25)$  °C.

De façon générale, les produits contenant des sels (chlorure de sodium, pyrophosphate par exemple) doivent être incinérés à  $(550 \pm 10)$  °C.

## 5 Réactifs

Sauf indication contraire, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau distillée ou déminéralisée, ou de l'eau de pureté équivalente.

**5.1 Acide chlorhydrique**, solution aqueuse ou solution prête à l'emploi constituée d'un volume de HCl (fraction massique de 35 %) et d'un volume d'eau.

**5.2 Agent dessiccant**, pentoxyde de diphosphore purifié ( $P_4O_{10}$ ) ou gel de silice.

**5.3 Éthanol.**

## 6 Appareillage

**6.1 Broyeur**, facile à nettoyer et ayant un espace mort aussi réduit que possible et apte à assurer un broyage rapide et uniforme.

**6.2 Capsule à incinération**, de capacité au moins égale à 20 ml, de forme rectangulaire ou circulaire, à fond plat et ayant une surface utile au moins égale à 12 cm<sup>2</sup>. Les matériaux appropriés inaltérables dans les conditions de température de l'essai sont les suivants:

- a) à 900 °C: platine-rhodium (recommandé) ou, si indisponible, quartz;
- b) à 550 °C: quartz ou silice.

Les capsules doivent être nettoyées par immersion complète pendant au moins 1 h dans une solution aqueuse d'acide chlorhydrique (5.1) puis rincées à l'eau courante et ensuite à l'eau distillée.

Après rinçage, les capsules a) ou b) doivent être séchées dans une étuve (6.7) à une température et pendant une durée suffisantes pour éliminer l'eau.

Étant donné que les taux de cendres obtenus avec des capsules à incinération en quartz sont plus faibles ou présentent une précision inférieure à celle obtenue avec des capsules en platine<sup>[8]</sup>, l'utilisation de capsules à incinération en platine-rhodium est recommandée lorsque l'incinération est effectuée à 900 °C. Les données de fidélité pour l'incinération à 900 °C indiquées à l'Article 11 sont issues des résultats d'essais interlaboratoires effectués avec des capsules à incinération en platine-rhodium. Les utilisateurs de capsules à incinération en quartz pour l'incinération à 900 °C sont invités à vérifier les données de fidélité. De plus, le matériau de la capsule est plus susceptible de casser et il est possible de devoir répéter l'analyse si la capsule se casse.

**6.3 Four à moufle électrique**, avec revêtement réfractaire, avec système de réglage, capable d'atteindre et de maintenir les températures à  $(900 \pm 25) ^\circ\text{C}$  ou à  $(550 \pm 10) ^\circ\text{C}$ .

Il est recommandé de vérifier la géographie thermique du four en le remplissant avec des capsules contenant un échantillon témoin afin de déterminer sa capacité de remplissage.

Lorsque la combustion est effectuée à l'intérieur du four, ce qui est le cas de l'incinération à  $550 ^\circ\text{C}$ , il est recommandé de réaliser un balayage de la cheminée du four, car celle-ci peut se boucher rapidement.

**6.4 Dessiccateur sous vide**, muni d'une plaque perforée en aluminium ou en porcelaine, et agent dessiccant (5.2) comme déshydratant.

**6.5 Balance analytique**, d'une précision de 0,01 mg.

**6.6 Diviseur à rifles ou diviseur conique.**

**6.7 Étuve** pour le séchage des capsules à incinération, capable d'être maintenue à une température  $\geq 100 ^\circ\text{C}$ .

## 7 Échantillonnage

L'échantillonnage ne fait pas partie de la méthode spécifiée dans le présent document.

Il convient que le laboratoire reçoive un échantillon réellement représentatif, conformément à l'ISO 24333.

## 8 Préparation de l'échantillon pour essai

Pour les graines ou les produits contenant des graines entières, homogénéiser et diviser l'échantillon pour obtenir une quantité représentative et compatible avec le type de broyeur (6.1) utilisé.

Broyer l'échantillon ainsi obtenu.

Les autres produits ne nécessitent pas de broyage.

## 9 Mode opératoire

### 9.1 Températures d'incinération

Le [Tableau 1](#) résume les températures d'incinération selon le type de produit.

**Tableau 1 — Températures d'incinération et type de produit**

Type de produit	Température d'incinération	Durée d'incinération	Type de capsule	Prise d'essai
Farine	$(900 \pm 25) ^\circ\text{C}$	1 h	Platine-rhodium ou, si non disponible, quartz	3,9 g à 4,1 g
	$(550 \pm 10) ^\circ\text{C}$	4 h minimum	Quartz ou silice	4,9 g à 5,1 g
Semoule/graines de céréales et autres produits de mouture	$(900 \pm 25) ^\circ\text{C}$	1 h $\pm$ 1,5 h	Platine-rhodium ou, si non disponible, quartz	3,9 g à 4,1 g
	$(550 \pm 10) ^\circ\text{C}$	4 h minimum	Quartz ou silice	4,9 g à 5,1 g
Préparations composées à base de céréales	$(550 \pm 10) ^\circ\text{C}$	4 h minimum	Quartz ou silice	4,9 g à 5,1 g

Tableau 1 (suite)

Type de produit	Température d'incinération	Durée d'incinération	Type de capsule	Prise d'essai
Produits dérivés des céréales autres que les produits de mouture	(550 ± 10) °C	4 h minimum	Quartz ou silice	4,9 g à 5,1 g
Légumineuses et leurs produits dérivés	(550 ± 10) °C	4 h minimum	Quartz ou silice	4,9 g à 5,1 g

## 9.2 Détermination de la teneur en eau

Procéder préalablement à la détermination de la teneur en eau de l'échantillon pour essai selon l'ISO 712 pour les céréales autres que le maïs ou l'ISO 6540 dans le cas du maïs ou l'ISO 24557 dans le cas des légumineuses.

La teneur en eau peut également être déterminée avec un appareillage utilisant la spectrométrie dans le proche infrarouge dont les performances ont été démontrées conformément à l'ISO 12099, et qui atteint au moins une erreur-type de prédiction (SEP) ≤ 0,15 en fraction massique déterminée sur tout le domaine d'application du présent document.

## 9.3 Préparation des capsules à incinération

Pour les capsules à incinération utilisables à 900 °C [6.2 a)], les nettoyer et les placer dans le four à moufle (6.3) pendant 5 min à la température d'incinération utilisée, les laisser refroidir dans le dessiccateur (6.4), puis les peser (6.5) à 0,1 mg près.

Pour les capsules à incinération utilisables à 550 °C [6.2 b)], les nettoyer et les placer dans une étuve (6.7) pendant la durée de séchage requise (par exemple 90 min à 130 °C). Immédiatement avant emploi, sortir les capsules de l'étuve et les laisser refroidir dans un dessiccateur (6.4), puis les peser (6.5) à 0,1 mg près.

## 9.4 Préparation de la prise d'essai

À partir de l'échantillon pour essai préparé conformément à l'Article 8 et soigneusement homogénéisé, peser (6.5) rapidement à 0,1 mg près une prise d'essai comprise entre 3,9 g et 4,1 g dans le cas d'une incinération à 900 °C et entre 4,9 g et 5,1 g dans le cas d'une incinération à 550 °C.

Dans le cas des produits à faible densité, la prise d'essai peut être comprise entre (2 ± 0,1) g et (3 ± 0,1) g.

Dans la capsule à incinération préparée et tarée comme décrit en 9.3, répartir le produit, sans le tasser, en une couche uniforme.

## 9.5 Préincinération

À 900 °C, placer la capsule à incinération et son contenu à l'entrée du four porté à la température d'incinération. Les produits s'enflamment spontanément. Si plusieurs capsules sont placées à l'entrée du four, il convient d'éviter de les mettre en contact.

À 550 °C, il est nécessaire d'ajouter de l'éthanol (5.3) pour enflammer les produits. Il est recommandé d'introduire les capsules dans le four froid et de laisser la température du four monter jusqu'à la température cible.

## 9.6 Incinération

Attendre que le produit ait fini de brûler puis introduire la capsule à l'intérieur du four.

Fermer la porte du four.

Poursuivre l'incinération jusqu'à combustion complète de la totalité du produit, y compris des particules de carbone contenues dans le résidu, soit entre 1 h et 1,5 h à 900 °C (sans dépasser 1 h pour la farine) et 4 h minimum à 550 °C.

Dans le cas d'une incinération à 550 °C, il est possible de vitrifier les résidus floconneux en augmentant la température du four à 900 °C pendant 1 h. Dans ces conditions, laisser refroidir le four avant de retirer les capsules [6.2 b)], compte tenu de leur fragilité.

Une fois l'incinération terminée, retirer la capsule du four, et la mettre à refroidir dans le dessiccateur (6.4). Pour préserver l'efficacité du dessiccateur, ne pas superposer les capsules.

En raison de la nature hygroscopique de la capsule, dès qu'elle a atteint la température ambiante (soit 15 min à 20 min pour les capsules en platine et 60 min à 90 min minimum pour les capsules en quartz ou en silice), peser rapidement à 0,1 mg près.

Pour les prises d'essai incinérées à 550 °C, des précautions particulières doivent être prises à l'entrée d'air et lors de l'ouverture du dessiccateur pour ne pas entraîner les résidus floconneux.

La validité des résultats obtenus avec cet échantillon doit être vérifiée au regard des critères d'autocontrôle du laboratoire (carte de contrôle par exemple).

Si des particules de carbone sont encore présentes après incinération dans le four pendant 1 h à 900 °C, il convient de répéter l'analyse.

## 9.7 Nombre de déterminations

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

## 10 Expression des résultats

Le taux de cendres, en fraction massique par rapport à la matière sèche exprimé en pourcentage,  $w_{a,d}$ , est donné par la Formule (1):

$$w_{a,d} = (m_2 - m_1) \times \frac{100}{m_0} \times \frac{100}{100 - w_m} \quad (1)$$

où

$m_0$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai (9.4);

$m_1$  est la masse, en grammes, de la capsule à incinération (9.3);

$m_2$  est la masse, en grammes, de la capsule à incinération (9.3) et du résidu d'incinération (9.6);

$w_m$  est la teneur en eau, en pourcentage en masse, de l'échantillon (voir 9.2).

Prendre comme résultat la moyenne arithmétique des deux déterminations si les conditions de répétabilité (voir 11.1) sont remplies.

Exprimer le résultat à 0,01 % en masse près.

Si nécessaire, le taux de cendres, en fraction massique par rapport à la matière humide exprimé en pourcentage,  $w_{a,w}$ , est donné par la Formule (2):

$$w_{a,w} = (m_2 - m_1) \times \frac{100}{m_0} \quad (2)$$

## 11 Fidélité

### 11.1 Essais interlaboratoires

Les valeurs des limites de répétabilité et de reproductibilité, et les valeurs des différences critiques proviennent des résultats d'essais interlaboratoires effectués conformément à l'ISO 5725-1, l'ISO 5725-2 et l'ISO 5725-6. Les détails sont résumés à l'[Annexe A](#).

Les valeurs obtenues lors de ces essais interlaboratoires peuvent ne pas s'appliquer à des plages de teneurs et à des matrices autres que celles données.

### 11.2 Répétabilité, $r$

La différence absolue entre deux résultats d'essai individuels indépendants, obtenus à l'aide de la même méthode sur un matériau identique 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, dans plus de 5 % des cas, comme indiqué par la [Formule \(3\)](#):

$$r = 2,8 \times s_r \quad (3)$$

$$r = 2,8 \times 0,009 = 0,025 \text{ pour } 0,49 \% < w_{a,d} \leq 1,00 \%$$

$$r = 2,8 \times 0,012 = 0,034 \text{ pour } 1,00 \% < w_{a,d} \leq 2,53 \%$$

où  $s_r$  est l'écart-type de répétabilité.

### 11.3 Reproductibilité, $R$

La reproductibilité est la différence absolue entre deux résultats d'essai individuels indépendants, obtenus avec la même méthode sur un matériau identique soumis à l'essai dans des laboratoires différents par des opérateurs différents utilisant des appareillages différents. En pratique, la comparaison entre des résultats individuels est réaliste uniquement pour les essais de détermination unique et non pour les essais effectués dans des conditions de répétabilité telles que spécifiées dans le présent document.

La comparaison possible est l'une des moyennes, comme défini en [11.4](#).

NOTE Les écarts-types de reproductibilité ( $s_R = 0,023$  pour un taux de cendres compris entre 0,49 % et 1,00 %, et 0,027 pour un taux de cendres compris entre 1,00 % et 2,53 %) estimés par les essais interlaboratoires sont des éléments permettant d'évaluer la pertinence de son incertitude.

### 11.4 Différence critique

#### 11.4.1 Comparaison de deux groupes de mesures dans un laboratoire

La différence entre deux valeurs moyennées obtenues à partir de deux résultats d'essai dans un même laboratoire dans des conditions de répétabilité est la différence critique intralaboratoire,  $C_{D,r}$  comme indiqué par la [Formule \(4\)](#):

$$C_{D,r} = 2,8s_r \sqrt{\frac{1}{2n_1} + \frac{1}{2n_2}} = 2,8s_r \sqrt{\frac{1}{2}} = 1,98s_r \quad (4)$$

$$C_{D,r} = 0,018 \text{ pour } 0,49 \% < w_{a,d} \leq 1,00 \%$$