

PROJET  
FINAL

NORME  
INTERNATIONALE

ISO/FDIS  
771

ISO/TC 34/SC 2

Secrétariat: AFNOR

Début de vote:  
**2021-01-01**

Vote clos le:  
**2021-02-26**

---

---

## Tourteaux de graines oléagineuses — Détermination de la teneur en eau et en matières volatiles

*Oilseed meals — Determination of moisture and volatile matter  
content*

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO/FDIS 771](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b77f4f7b-dc40-4366-a5ce-beb9c032b42e/iso-fdis-771>

LES DESTINATAIRES DU PRÉSENT PROJET SONT INVITÉS À PRÉSENTER, AVEC LEURS OBSERVATIONS, NOTIFICATION DES DROITS DE PROPRIÉTÉ DONT ILS AURAIENT ÉVENTUELLEMENT CONNAISSANCE ET À FOURNIR UNE DOCUMENTATION EXPLICATIVE.

OUTRE LE FAIT D'ÊTRE EXAMINÉS POUR ÉTABLIR S'ILS SONT ACCEPTABLES À DES FINS INDUSTRIELLES, TECHNOLOGIQUES ET COMMERCIALES, AINSI QUE DU POINT DE VUE DES UTILISATEURS, LES PROJETS DE NORMES INTERNATIONALES DOIVENT PARFOIS ÊTRE CONSIDÉRÉS DU POINT DE VUE DE LEUR POSSIBILITÉ DE DEVENIR DES NORMES POUVANT SERVIR DE RÉFÉRENCE DANS LA RÉGLEMENTATION NATIONALE.



Numéro de référence  
ISO/FDIS 771:2021(F)

© ISO 2021

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO/FDIS 771

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b77f4f7b-dc40-4366-a5ce-beb9c032b42e/iso-fdis-771>



**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](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>1</b>
<b>5</b> <b>Appareillage</b> .....	<b>1</b>
<b>6</b> <b>Échantillon</b> .....	<b>2</b>
6.1    Échantillonnage.....	2
6.2    Préparation de l'échantillon pour essai.....	2
<b>7</b> <b>Mode opératoire</b> .....	<b>2</b>
<b>8</b> <b>Expression des résultats</b> .....	<b>3</b>
8.1    Méthode de calcul et formule.....	3
<b>9</b> <b>Fidélité</b> .....	<b>3</b>
9.1    Résultat de l'essai interlaboratoires.....	3
9.2    Répétabilité.....	3
9.3    Reproductibilité.....	4
<b>10</b> <b>Rapport d'essai</b> .....	<b>4</b>
<b>Annexe A</b> (informative) <b>Résultats d'un essai interlaboratoires international</b> .....	<b>5</b>
<b>Annexe B</b> (informative) <b>Exemples de valeurs <math>r</math> et <math>R</math></b> .....	<b>7</b>
<b>Bibliographie</b> .....	<b>8</b>

[ISO/FDIS 771](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b77f4f7b-dc40-4366-a5ce-beb9c032b42e/iso-fdis-771)  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b77f4f7b-dc40-4366-a5ce-beb9c032b42e/iso-fdis-771>

## 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 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. 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 le lien suivant: [www.iso.org/iso/avant-propos.html](http://www.iso.org/iso/avant-propos.html).

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 34, *Produits alimentaires*, sous-comité SC 2, *Graines et fruits oléagineux et farines de graines oléagineuses*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 771:1977), qui a fait l'objet d'une révision technique. Les principales modifications par rapport à l'édition précédente sont les suivantes:

- organisation d'un nouvel essai interlaboratoires en vue d'ajouter des données de répétabilité et de reproductibilité.

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

# Tourteaux de graines oléagineuses — Détermination de la teneur en eau et en matières volatiles

## 1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode de détermination de la teneur en eau et en matières volatiles des tourteaux provenant de l'extraction de l'huile des graines oléagineuses par pression et/ou solvant.

## 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 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.

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 et en matières volatiles

perte de masse déterminée dans les conditions opératoires spécifiées dans le présent document

Note 1 à l'article: La teneur en eau et en matières volatiles est exprimée en fraction massique en grammes pour 100 g.

## 4 Principe

L'échantillon est broyé à une taille de particules de 1 mm, puis une prise d'essai est séchée à  $(103 \pm 2)^\circ\text{C}$  dans une étuve à la pression atmosphérique, jusqu'à l'obtention d'une masse pratiquement constante.

## 5 Appareillage

**5.1 Balance analytique**, précision de lecture de 0,000 1 g, précision de pesée de 0,001 g.

**5.2 Broyeur mécanique**, facile à nettoyer et permettant le broyage des tourteaux en particules pouvant traverser complètement le tamis, sans échauffement et sans modification sensible de leur teneur en eau et en matières volatiles, ainsi que de leur teneur en huile (5.3).

**5.3 Tamis**, de 1 mm d'ouverture de maille.

**5.4 Capsule à fond plat**, en métal non attaquable dans les conditions de l'essai, munie d'un couvercle bien adapté, permettant d'obtenir une répartition de la prise d'essai d'environ 0,2 g/cm<sup>2</sup> (par exemple: diamètre de la capsule 50 mm à 70 mm, hauteur environ 30 mm). Les capsules en verre, à fermeture rodée, peuvent également être employées.

**5.5 Étuve électrique**, à contrôle thermostatique et avec une bonne aération naturelle, réglable de façon que la température de l'air et des plateaux porte-échantillons, au voisinage des prises d'essai, soit comprise, en régime normal, entre 101 °C et 105 °C.

**5.6 Dessiccateur**, contenant un agent déshydratant efficace et muni d'une plaque métallique permettant un refroidissement rapide des capsules (5.4).

## 6 Échantillon

### 6.1 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 5500. Il convient qu'un échantillon représentatif ait été envoyé au laboratoire. Il convient qu'il n'ait été ni endommagé, ni modifié au cours du transport ou du stockage.

### 6.2 Préparation de l'échantillon pour essai

Préparer l'échantillon pour essai conformément à l'ISO 5502. Broyer l'échantillon dans le broyeur mécanique (5.2) préalablement bien nettoyé. Recueillir la poudre dans un récipient propre et la mélanger avec soin et effectuer l'analyse sans délai.

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO/FDIS 771

## 7 Mode opératoire <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b77f4f7b-dc40-4366-a5ce-beb9c032b42e/iso-fdis-771>

**7.1** Effectuer deux déterminations sur chacun des échantillons.

**7.2** Peser la capsule avec le couvercle (5.4) à 0,001 g près, après l'avoir laissée ouverte pendant au moins 30 min dans le dessiccateur (5.6) à la température du laboratoire. Noter la masse  $m_0$ .

**7.3** Peser, à 0,001 g près, environ 5 g de l'échantillon pour essai dans la capsule (5.4), répartir uniformément l'échantillon sur tout le fond de la capsule et peser à nouveau avec le couvercle. Réaliser ces opérations le plus rapidement possible, afin d'éviter toute modification sensible de la teneur en eau. Noter la masse  $m_1$ .

**7.4** Placer la capsule contenant la prise d'essai dans l'étuve (5.5), préalablement réglée à une température de  $(103 \pm 2)$  °C et enlever le couvercle.

Si plusieurs capsules sont placées ensemble dans l'étuve, les disposer de façon à permettre à l'air de circuler librement entre elles.

**7.5** Fermer l'étuve. Après 2 h, comptées à partir du moment où la température est revenue à  $(103 \pm 2)$  °C dans l'étuve, ouvrir l'étuve, fermer la capsule avec son couvercle avant de la sortir de l'étuve et la placer dans le dessiccateur. Dès que la capsule est refroidie à la température du laboratoire, la peser à 0,001 g près.

Ne pas ouvrir l'étuve au cours du séchage pour ajouter d'autres prises d'essai.

**7.6** Remettre la capsule, couvercle enlevé, dans l'étuve. Après 1 h, répéter les opérations de fermeture de la capsule, de refroidissement et de pesée. Noter la masse  $m_2$ .

7.7 Si la différence entre les deux pesées est inférieure ou égale à 0,005 g, considérer la détermination comme terminée. Dans le cas contraire, soumettre la prise d'essai à des séjours successifs de 1 h dans l'étuve, jusqu'à ce que la différence entre deux pesées successives soit inférieure ou égale à 0,005 g.

NOTE Pour la plupart des tourteaux de graines oléagineuses, une seule période de 4 h à  $(103 \pm 2)$  °C donne des résultats équivalents, mais il incombe à l'analyste de le confirmer dans chaque cas particulier.

## 8 Expression des résultats

### 8.1 Méthode de calcul et formule

La teneur en eau et en matières volatiles,  $w$ , exprimée en fraction massique en grammes pour 100 g, est donnée par la [Formule \(1\)](#):

$$w = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \times 100 \quad (1)$$

où

$m_0$  est la masse, en grammes, de la capsule;

$m_1$  est la masse, en grammes, de la capsule et de la prise d'essai avant séchage;

$m_2$  est la masse, en grammes, de la capsule et de la prise d'essai après séchage.

Utiliser la valeur moyenne des deux répétitions si les conditions de répétabilité sont satisfaites ([9.2](#)) et exprimer le résultat avec un chiffre après la virgule.

## 9 Fidélité

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b77f4f7b-dc40-4366-a5ce-beb9c032b42e/iso-fdis-771>

### 9.1 Résultat de l'essai interlaboratoires

Les détails de l'essai interlaboratoires relatifs à la fidélité de la méthode sont récapitulés dans l'Annexe A. Les valeurs provenant de cet essai interlaboratoires peuvent ne pas être applicables à des plages de concentration et à des matrices autres que celles indiquées.

### 9.2 Répétabilité

La différence absolue entre deux résultats d'essais individuels indépendants, obtenus à l'aide de la même méthode sur un matériau identique soumis à essai dans le même laboratoire, par le même opérateur utilisant le même appareillage et dans un court intervalle de temps, ne dépassera que dans 5 % au plus des cas la valeur  $r$  indiquée ci-après:

- pour les valeurs moyennes inférieures à 4,0 % (en fraction massique):  $r = 0,2$  %;
- pour les valeurs moyennes supérieures à 4,0 % (en fraction massique):  $r = 0,018x + 0,13$  (voir [Figure A.1](#)).

$x$  correspond à la valeur moyenne de deux répétitions. Des exemples de valeurs  $r$  sont donnés dans l'[Annexe B](#).

### 9.3 Reproductibilité

La différence absolue entre deux résultats d'essai individuels, obtenus à l'aide de la même méthode, sur un matériau identique soumis à l'essai dans différents laboratoires, avec différents opérateurs utilisant un appareillage différent, ne dépassera que dans 5 % au plus des cas la valeur  $R$  indiqué ci-après:

- pour les valeurs moyennes inférieures à 4,0 % (en fraction massique):  $R = 0,4 \%$ ;
- pour les valeurs moyennes supérieures à 4,0 % (en fraction massique):  $R = 0,033x + 0,27$  (voir [Figure A.1](#)).

$x$  correspond à la valeur moyenne de deux répétitions. Des exemples de valeurs  $R$  sont donnés dans l'Annexe B.

## 10 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit spécifier:

- a) toutes les informations nécessaires à l'identification complète de l'échantillon;
- b) la méthode d'essai utilisée, avec une référence au présent document, c'est-à-dire ISO 771:—;
- c) toutes les informations opératoires détaillées non spécifiées dans le présent document, ou considérées comme facultatives, ainsi que des informations détaillées sur tous les incidents susceptibles d'avoir eu une incidence sur le résultat;
- d) le ou les résultats d'essai obtenus;
- e) la date de l'essai.

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**  
[ISO/FDIS 771](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b77f4f7b-dc40-4366-a5ce-beb9c032b42e/iso-fdis-771)  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b77f4f7b-dc40-4366-a5ce-beb9c032b42e/iso-fdis-771>

## Annexe A (informative)

### Résultats d'un essai interlaboratoires international

La fidélité de la méthode a été établie par un essai interlaboratoires effectué conformément à l'ISO 5725-1 et à l'ISO 5725-2. Onze laboratoires ont participé aux essais. Les neuf échantillons suivants ont été utilisés dans l'essai.

- A: Tourteau de colza de pression
- B: Tourteau de colza
- C: Tourteau de colza séché
- D: Tourteau de tournesol de pression
- E: Tourteau de tournesol post-extraction
- F: Tourteau de tournesol
- G: Tourteau de tournesol séché
- H: Tourteau de soja de pression
- I: Tourteau de soja

Les résultats des essais interlaboratoires sont donnés dans le [Tableau A.1](#).

**Tableau A.1 — Récapitulatif des résultats statistiques (résultats en g/100 g)**

Échantillon	A	B	C	D	E	F	G	H	I
Nombre de laboratoires participants ( $N$ )	11	11	11	11	11	11	11	11	11
Nombre de laboratoires retenus après élimination des valeurs aberrantes ( $n$ )	11	11	11	11	11	11	11	11	11
Nombre de résultats d'essai individuels de tous les laboratoires sur chaque échantillon ( $z$ )	2	2	2	2	2	2	2	2	2
<b>Valeur moyenne (<math>m</math>), g/100g</b>	<b>4,57</b>	<b>11,82</b>	<b>8,15</b>	<b>6,04</b>	<b>7,81</b>	<b>12,16</b>	<b>8,09</b>	<b>6,17</b>	<b>10,94</b>
Écart-type de répétabilité ( $s_r$ )	0,07	0,06	0,04	0,08	0,06	0,12	0,08	0,05	0,06
Répétabilité relative ( $C_{V,r}$ ), %	1,54	0,53	0,53	1,33	0,73	0,99	0,99	0,86	0,54
<b>Limite de répétabilité <math>r</math> (<math>s_r \times 2,8</math>)</b>	<b>0,20</b>	<b>0,18</b>	<b>0,12</b>	<b>0,22</b>	<b>0,16</b>	<b>0,34</b>	<b>0,22</b>	<b>0,15</b>	<b>0,16</b>
Écart-type de reproductibilité ( $s_R$ )	0,11	0,20	0,15	0,16	0,16	0,24	0,15	0,11	0,14
Reproductibilité relative ( $C_{V,R}$ ), %	2,34	1,73	1,80	2,67	2,03	1,95	1,87	1,85	1,24
<b>Limite de reproductibilité <math>R</math> (<math>s_R \times 2,8</math>)</b>	<b>0,30</b>	<b>0,57</b>	<b>0,41</b>	<b>0,45</b>	<b>0,44</b>	<b>0,66</b>	<b>0,42</b>	<b>0,32</b>	<b>0,38</b>