

PROJET
FINAL

NORME
INTERNATIONALE

ISO/FDIS
734

ISO/TC 34/SC 2

Secrétariat: AFNOR

Début de vote:
2022-11-16

Vote clos le:
2023-01-11

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/FDIS 734

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8bd16082-723f-4c76-a709-985c8073fee1/iso-fdis-734>

TRAITEMENT PARALLÈLE ISO/CEN

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 734:2022(F)

© ISO 2022

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO/FDIS 734

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8bd16082-723f-4c76-a709-985c8073fee1/iso-fdis-734>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2022

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 Principe	1
5 Réactifs	1
6 Appareillage	2
7 Échantillonnage	3
8 Préparation de l'échantillon pour essai	3
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	4
9.4.3 Seconde extraction	4
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	7
Bibliographie	8

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. 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/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*, en collaboration avec le comité technique CEN/TC 307, *Oléagineux, corps gras d'origines végétale et animale et leurs co-produits — Méthodes d'échantillonnage et d'analyse* du Comité européen de normalisation (CEN), conformément à l'Accord de coopération technique entre l'ISO et le CEN (Accord de Vienne).

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 734:2015) qui a fait l'objet d'une révision technique afin d'incorporer plusieurs avertissements de sécurité.

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.

Introduction

Une méthode de détermination de la teneur en huile des graines oléagineuses est spécifiée dans l'ISO 659. Pour permettre le contrôle de la fabrication de l'huile, le présent document spécifie 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/FDIS 734

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8bd16082-723f-4c76-a709-985c8073fee1/iso-fdis-734>

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

Le présent document 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 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 de la publication à laquelle il est fait référence s'applique (y compris tous les 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.

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

teneur en huile

totalité des substances extraites dans certaines conditions opératoires du produit tel quel

Note 1 à l'article: Pour les besoins du présent document, les conditions opératoires sont celles spécifiées dans ce document.

Note 2 à l'article: Elle est exprimée en fraction massique, en pourcentage.

Note 3 à l'article: La teneur en huile peut aussi s'exprimer 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 Réactifs

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, sauf spécification contraire.

5.1 Hexane technique, *n*-hexane ou éther de pétrole, essentiellement constitué d'hydrocarbures à six atomes de carbone, dont moins de 5 % (volume/volume) distillent au-dessous de 40 °C et plus de 95 % (volume/volume) distillent entre 40 °C et 60 °C ou entre 50 °C et 70 °C, et qui a un indice de brome inférieur à 1 pour chacun des solvants. Le résidu à l'évaporation complète ne doit pas dépasser 2 mg pour 100 ml.

6 Appareillage

AVERTISSEMENT — Tout reflux ou ébullition de solvant doit être réalisé sous une hotte afin de réduire le plus possible l'exposition du personnel aux vapeurs de solvant.

L'appareillage courant d'un laboratoire, notamment les éléments suivants doivent être utilisés.

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 ne disposant pas de microbroyeur, le microbroyage de l'échantillon broyé (voir 9.4.3) peut être remplacé par une trituration au pilon dans un mortier, avec environ 10 g de sable préalablement 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 ou laine de verre, exempts 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 Évaporateur rotatif, bain à chauffage électrique (par exemple bain de sable, bain d'eau) ou **plaque chauffante**.

L'appareillage utilisé doit permettre l'usage de solvants potentiellement inflammables.

6.6 Étuve à chauffage électrique, munie d'un dispositif de thermorégulation, permettant de réaliser une insufflation d'air ou d'obtenir une pression réduite, et capable d'être maintenue à 103 °C ± 2 °C.

L'appareillage utilisé doit permettre l'usage de solvants potentiellement inflammables.

6.7 Dessiccateur, garni d'un agent déshydratant efficace.

1) Le microbroyeur mécanique Dangoumau est un exemple de produit approprié et disponible dans le commerce. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs du présent document et ne signifie nullement que l'ISO approuve l'emploi du produit ainsi désigné.

2) Les extracteurs directs du type Butt, Smalley, Twisselmann et Bolton-Williams sont des exemples de produits appropriés et disponibles dans le commerce. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs du présent document et ne signifie nullement que l'ISO approuve l'emploi du produit ainsi désigné.

6.8 Pierre ponce, en petits grains, séchée préalablement dans une étuve à $103\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ et refroidie dans un dessiccateur.

6.9 Balance analytique, pouvant peser à 0,001 g près.

7 Échantillonnage

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.

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.

8 Préparation de l'échantillon pour essai

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

8.2 Si nécessaire, broyer l'échantillon pour essai 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 (voir 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 pour essai (voir 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 ou de laine de verre (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 (voir 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'appareil à 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 d'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.

9.4.4 Élimination du solvant et pesée de l'extrait

Chasser la majeure partie du solvant du ballon à l'aide d'un évaporateur rotatif ou par distillation sur le bain à chauffage électrique ou sur la plaque chauffante (6.5).

NOTE L'évaporateur rotatif permet de réduire au minimum l'exposition du personnel aux vapeurs de solvants en mettant ces solvants au rebut de manière adaptée plutôt que de les évacuer dans l'atmosphère.

Chasser les dernières traces du solvant en chauffant le ballon durant environ 20 min dans l'étuve à chauffage électrique (6.6) réglée à 103 °C.

Dans le cas de tourteaux riches en acides volatils (par exemple tourteaux de coprah, palmiste, etc.), il convient d'effectuer le séchage de l'extrait à la pression atmosphérique et à une température maximale de 80 °C.

Faciliter l'élimination du solvant soit en insufflant dans le ballon, par moments, de l'air ou, de préférence, un gaz inerte (tel que l'azote ou le dioxyde de carbone), soit en opérant sous pression réduite.

Dans le cas des tourteaux de graines à l'huile siccative ou semi-siccative, il est préférable d'éliminer le solvant résiduel par séchage sous pression réduite.

Laisser refroidir le ballon durant au moins 1 h dans le dessiccateur (6.7) jusqu'à la température ambiante et peser à 1 mg près.

Effectuer un second chauffage durant environ 10 min dans les mêmes conditions. Laisser refroidir et peser.

La différence entre les deux pesées ne doit pas dépasser 10 mg. Dans le cas contraire, répéter le chauffage durant 10 min, refroidir et peser jusqu'à ce que la différence entre deux pesées successives soit au plus égale à 10 mg. Noter la masse finale du ballon.

10 Expression des résultats

10.1 La teneur en huile du produit tel quel, w , exprimée en fraction massique, en pourcentage, est égale à la Formule (1):

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

où