Norme internationale

ISO 10565

Troisième édition
2026-09

Graines oléagineuses — Détermination simultanée de la teneur en huile et en eau — Méthode par spectrométrie de résonance magnétique nucléaire pulsée

Oilseeds — Simultaneous determination of oil and water contents — Method using pulsed nuclear magnetic resonance spectrometry

Sample Document
Get a full copy from standards.iteh.ai

Numéro de référence
ISO 10565:2026(fr)

© ISO 2026

Sample Document

get full document from standards.iteh.ai

DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2026

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

ISO 10565:2026 • https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/396f4b81-bd31-435f-8f7d-d7e9966a5938/iso-10565-2026

Sommaire

Page

Avant-propos ..... **iv**
1 Domaine d'application **1**
2 Références normatives **1**
3 Termes et définitions **1**
4 Principe **1**
5 Échantillons **2**
5.1 Généralités 2
5.2 Échantillons pour étalonnage 2
5.2.1 Généralités 2
5.2.2 Échantillons pour l'étalonnage de la teneur en eau 2
5.2.3 Échantillons pour l'étalonnage de la teneur en huile 2
6 Appareillage **2**
7 Échantillonnage **3**
8 Préparation de l'échantillon pour essai **3**
9 Mode opératoire d'étalonnage **4**
9.1 Généralités 4
9.2 Mode opératoire de l'étalonnage pour la détermination de la teneur en eau 5
9.2.1 Mode opératoire A: trois échantillons pour étalonnage (minimum), de teneurs en eau connues 5
9.2.2 Mode opératoire B: un seul échantillon pour étalonnage, de teneur en eau connue 5
9.3 Mode opératoire de l'étalonnage pour la détermination de la teneur en huile 6
9.3.1 Mode opératoire A: trois échantillons pour étalonnage (minimum), de teneurs en huile connues 6
9.3.2 Mode opératoire B: un seul échantillon pour étalonnage, de teneur en huile connue 6
10 Mode opératoire de mesurage de l'échantillon pour essai **7**
10.1 Généralités 7
10.2 Exigences relatives au laboratoire d'essai et au conditionnement de l'échantillon pour essai 8
10.3 Portion pour essai 8
10.4 Détermination 8
10.4.1 Cas général 8
10.4.2 Graines de colza, de lin et de tournesol ayant une teneur en eau supérieure à 10 % en fraction massique et graines de soja ayant une teneur en eau supérieure à 14 % en fraction massique 8
11 Expression des résultats **9**
12 Fidélité **9**
12.1 Essais interlaboratoires 9
12.2 Répétabilité 9
12.3 Reproductibilité 10
13 Rapport d'essai **10**
Annexe A (informative) **Résultats des essais interlaboratoires** **11**
Annexe B (informative) **Résultats de l'essai visant à comparer différents équipements** **13**
Bibliographie **15**

Sample Document
get full document from standards.iteh.ai

© ISO 2026 – Tous droits réservés

ISO 10565:2026 • https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/396f4b81-bd31-435f-8f7d-d7e9966a5938/iso-10565-2026

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'ISO attire l'attention sur le fait que la mise en application du présent document peut entraîner l'utilisation d'un ou de plusieurs brevets. L'ISO ne prend pas position quant à la preuve, à la validité et à l'applicabilité de tout droit de brevet revendiqué à cet égard. À la date de publication du présent document, l'ISO n'avait pas reçu notification qu'un ou plusieurs brevets pouvaient être nécessaires à sa mise en application. Toutefois, il y a lieu d'avertir les responsables de la mise en application du présent document que des informations plus récentes sont susceptibles de figurer dans la base de données de brevets, disponible à l'adresse www.iso.org/brevets. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié tout ou partie de tels droits de propriété.

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.

Sample Document
get full document from standards.iteh.ai

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 10565:1998), qui a fait l'objet d'une révision technique.

Les principales modifications sont les suivantes:

— clarification du domaine d'application;

— ajout d'informations supplémentaires au protocole;

— ajout des résultats d'un essai visant à comparer différents équipements.

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.

© ISO 2026 – Tous droits réservés

ISO 10565:2026 • https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/396f4b81-bd31-435f-8f7d-d7e9966a5938/iso-10565-2026

Graines oléagineuses — Détermination simultanée de la teneur en huile et en eau — Méthode par spectrométrie de résonance magnétique nucléaire pulsée

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode de détermination rapide des teneurs en huile et en eau dans les graines oléagineuses par résonance magnétique nucléaire (RMN) pulsée.

Il s'applique aux graines de colza, de soja, de lin et de tournesol dont la teneur en eau est inférieure à 10 % et aux graines de soja dont la teneur en eau est inférieure à 14 %. Pour des graines ayant des teneurs en eau plus élevées, il est nécessaire de les sécher avant de pouvoir déterminer leur teneur en eau et en huile par RMN pulsée.

NOTE 1 Cette méthode a été expérimentée sur des graines de colza, de soja, de lin et de tournesol. Cela n'exclut toutefois pas qu'elle puisse s'appliquer également à d'autres graines du commerce dont l'huile est liquide à la température de mesurage.

NOTE 2 Les valeurs de reproductibilité obtenues sont généralement plus élevées que celles obtenues par les méthodes de référence (voir ISO 659 et ISO 665), car elles dépendent de la variabilité entre les instruments mais également de celle existant entre les étalonnages, qui dépend de l'exactitude de mesure des méthodes de référence.

NOTE 3 Les résultats de l'essai de comparaison entre différents aimants et différents volumes d'échantillons de graines (voir Annexe B) sont cohérents avec les résultats de l'essai interlaboratoires (voir Annexe A).

Sample Document
get full document from standards.iteh.ai

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 659, *Graines oléagineuses — Détermination de la teneur en huile (Méthode de référence)*

ISO 664, *Graines oléagineuses — Réduction de l'échantillon pour laboratoire en échantillon pour essai*

ISO 665, *Graines oléagineuses — Détermination de la teneur en eau et en matières volatiles*

3 Termes et définitions

Aucun terme n'est défini dans le présent document.

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/

4 Principe

Introduction de l'échantillon pour essai dans le champ magnétique d'un spectromètre de RMN pulsée.

© ISO 2026 – Tous droits réservés

ISO 10565:2026 • https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/396f4b81-bd31-435f-8f7d-d7e9966a5938/iso-10565-2026

Application d'un champ électromagnétique alternatif sous la forme d'une impulsion intense de radiofréquence (RF) de 90°, qui excite les noyaux de tous les atomes d'hydrogène. Enregistrement de la décroissance du signal d'induction libre (FID: free induction decay) qui suit l'application de l'impulsion de 90°. L'amplitude maximale de ce signal est proportionnelle au nombre total de protons contenus dans les phases aqueuse et huileuse de l'échantillon.

Application d'une seconde impulsion de radiofréquence, dite "impulsion de 180°", qui entraîne l'émission d'un signal d'écho de spin lorsque la seule contribution au FID est celle de la phase huileuse.

NOTE 1 L'amplitude maximale du signal d'écho est proportionnelle à la teneur en huile. Elle varie avec la température de l'échantillon, suivant une loi complexe. Un accroissement de température entraîne une diminution du signal d'écho mesuré.

Calcul de la différence entre les deux amplitudes, qui est proportionnelle à la teneur en eau.

Conversion automatique des signaux mesurés en pourcentage d'huile et d'eau, après étalonnage convenable de l'instrument.

NOTE 2 Certains spectromètres couplés à un mini-ordinateur et à un logiciel spécifique peuvent indiquer simultanément les teneurs en eau et en huile.

5 Échantillons

5.1 Généralités

Transférer les échantillons pour l'étalonnage et les échantillons pour essai dans le laboratoire d'essai, au moins 60 min avant la détermination, afin qu'ils atteignent la température d'équilibre.

Pour les graines de colza, de lin et de tournesol ayant une teneur en eau supérieure à 10 % en fraction massique et les graines de soja ayant une teneur en eau supérieure à 14 % en fraction massique, voir 10.4.2. Dans ce cas, la méthode d'écho de spin RMN ne permet pas l'obtention de résultats corrects, car l'eau en excès (eau libre) contribue, comme la phase huileuse, au signal d'écho du spin. Cet excès d'eau doit donc être éliminé par séchage jusqu'à atteindre un niveau d'humidité inférieur à 10 % en fraction massique pour toutes les graines.

Sample Document
get full document from standards.iteh.ai

5.2 Échantillons pour étalonnage

5.2.1 Généralités

Les échantillons de graines doivent être de la même espèce que celle des échantillons pour essais et de composition en acides gras semblable (par exemple dans le cas de l'analyse de graines de colza riches en acide érucique ou de graines de tournesol riches en acide oléique).

Les échantillons pour étalonnage doivent être homogènes et exempts d'impuretés. Une définition des impuretés est donnée dans l'ISO 658[1].

5.2.2 Échantillons pour l'étalonnage de la teneur en eau

La teneur en eau des graines peut varier selon les conditions de stockage. Par conséquent, la teneur en eau doit être déterminée conformément à l'ISO 665 juste avant l'étalonnage.

5.2.3 Échantillons pour l'étalonnage de la teneur en huile

La teneur en huile doit être déterminée par la méthode de référence spécifiée dans l'ISO 659.

6 Appareillage

L'appareillage courant de laboratoire et, en particulier, les éléments suivants doivent être utilisés.

© ISO 2026 – Tous droits réservés

ISO 10565:2026 • https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/396f4b81-bd31-435f-8f7d-d7e9966a5938/iso-10565-2026

6.1 Spectromètre RMN pulsée basse résolution, permettant le mesurage de la teneur en huile et en eau des graines oléagineuses, et répondant aux exigences de fidélité de 12.2 et 12.3.

Les réglages de l'appareil doivent être conformes aux instructions/spécifications du constructeur.

Pour les opérations d'étalonnage et de mesurage, suivre les instructions du manuel de l'utilisateur.

La température du laboratoire d'essai doit être maintenue conformément aux instructions du constructeur. S'assurer que l'ensemble des opérations effectuées lors du préconditionnement des échantillons avant le mesurage (voir 5.1), de l'étalonnage et du mesurage sont réalisées dans les mêmes conditions, et notamment à la même température (±2 °C). Par conséquent, il convient que la température de la salle d'essai soit contrôlée.

NOTE La plage habituelle de températures du laboratoire d'essai est comprise entre 17 °C et 28 °C.

AVERTISSEMENT — Ne laisser aucun objet métallique à proximité du spectromètre RMN.

6.2 Tubes à échantillons, en verre, adaptés au spectromètre RMN utilisé.

Suivre les instructions du constructeur pour les hauteurs de remplissage des tubes à échantillons et pour les gammes de variation de masse recommandées pour les différentes graines.

Pour une hauteur de remplissage de 30 mm avec des tubes de 40 mm de diamètre (ce qui équivaut à un volume de 40 ml), il est recommandé d'utiliser les plages de masses suivantes:

— graines de colza et graines de lin entières: 22 g à 25 g;

— graines de tournesol entières: 14 g à 17 g;

— graines de soja entières: 21 g à 24 g.

Sample Document

Pour les graines de grosseur moyenne (tournesol, soja et carthame), il convient de remplir les tubes à au moins 40 ml afin de garantir la représentativité de l'échantillon à analyser.

get full document from standards.iteh.ai

6.3 Balance analytique électronique, d'une précision égale à ±0,01 g.

Cet appareil peut être couplé soit au spectromètre RMN pour permettre l'enregistrement de la masse de l'échantillon directement dans le spectromètre, soit à un mini-ordinateur (voir NOTE 2 de l'Article 4).

6.4 Étuve de séchage, pouvant être maintenue à une température de 103 °C ± 2 °C.

6.5 Boîtes, métalliques ou en verre, de 7 cm à 10 cm de diamètre, avec couvercles.

7 Échantillonnage

L'échantillonnage ne fait pas partie de la méthode spécifiée dans le présent document. Une méthode d'échantillonnage recommandée est donnée dans l'ISO 21294[3].

Il est important que le laboratoire reçoive un échantillon qui soit réellement représentatif et qui n'ait pas été endommagé ou modifié pendant le transport ou le stockage.

8 Préparation de l'échantillon pour essai

Préparer l'échantillon pour essai conformément à l'ISO 664.

Retirer de l'échantillon pour essai préparé tous les objets métalliques (par exemple, agrafes, aiguilles). Les graines entières doivent être homogènes et, autant que possible, exemptes d'impuretés.

© ISO 2026 – Tous droits réservés

ISO 10565:2026 • https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/396f4b81-bd31-435f-8f7d-d7e9966a5938/iso-10565-2026