
**Céréales, produits céréaliers
et aliments des animaux —
Détermination de la teneur en
matières grasses brutes et en matières
grasses totales par la méthode
d'extraction de Randall**

*Cereals, cereals-based products and animal feeding stuffs —
Determination of crude fat and total fat content by the Randall
extraction method*

get full document from standards.iteh.ai



Sample Document

get full document from standards.iteh.ai



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2015, Publié en Suisse

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, 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, l'affichage sur l'internet ou sur un Intranet, sans autorisation écrite préalable. Les demandes d'autorisation peuvent être adressées à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Ch. de Blandonnet 8 • CP 401
CH-1214 Vernier, Geneva, Switzerland
Tel. +41 22 749 01 11
Fax +41 22 749 09 47
copyright@iso.org
www.iso.org

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principe	2
5 Réactifs	2
6 Appareillage	2
7 Échantillonnage	3
8 Mode opératoire	3
8.1 Préparation de l'échantillon pour essai	3
8.2 Prise d'essai	3
8.3 Extraction préliminaire	4
8.4 Hydrolyse	4
8.4.1 Généralités	4
8.4.2 Hydrolyse avec l'appareil I (6.2)	4
8.4.3 Hydrolyse avec l'appareil II (6.3)	5
8.5 Extraction	5
9 Calcul et expression des résultats	6
9.1 Détermination avec extraction préliminaire	6
9.2 Détermination sans extraction préliminaire	6
10 Fidélité	6
10.1 Essai interlaboratoires	6
10.2 Répétabilité	6
10.3 Reproductibilité	7
10.4 Différence critique	7
10.4.1 Généralités	7
10.4.2 Comparaison de deux groupes de mesurages dans un laboratoire	7
10.4.3 Comparaison de deux groupes de mesurages dans deux laboratoires	7
10.5 Incertitude de mesure	8
11 Rapport d'essai	8
Annexe A (informative) Résultats d'un essai interlaboratoires	9
Annexe B (informative) Comparaisons des teneurs en matières grasses des échantillons utilisés dans l'essai interlaboratoires	14
Bibliographie	16

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 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 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'OMC concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: [Avant-propos — Informations supplémentaires](#).

Le comité chargé de l'élaboration du présent document est l'ISO/TC 34, *Produits alimentaires*, sous-comité SC 4, *Céréales et légumineuses*.

Cette deuxième édition de l'ISO 11085 annule et remplace la première édition (ISO 11085:2008), qui a fait l'objet d'une révision technique.

Céréales, produits céréaliers et aliments des animaux — Détermination de la teneur en matières grasses brutes et en matières grasses totales par la méthode d'extraction de Randall

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie des modes opératoires pour la détermination de la teneur en matières grasses des céréales, des produits céréaliers et des aliments pour animaux. Ces modes opératoires ne sont pas applicables aux graines et aux fruits oléagineux.

Le choix de l'un ou l'autre des modes opératoires à utiliser dépend de la nature et de la composition du produit analysé, ainsi que de l'objet de l'analyse.

Le mode opératoire A est une méthode de détermination des matières grasses brutes directement extractibles, applicable à tous les produits sauf ceux relevant du domaine d'application du mode opératoire B.

Le mode opératoire B est une méthode de détermination des matières grasses totales, applicable à tous les produits dont il n'est pas possible d'extraire complètement les huiles et graisses sans procéder à une hydrolyse préalable.

NOTE La plupart des céréales, ainsi que les aliments pour animaux d'origine animale, les levures, les protéines de pomme de terre, les aliments composés pour animaux contenant des produits laitiers, les glutens et les produits transformés par des techniques telles que l'extrusion, le floconnage et le chauffage donnent des teneurs en matières grasses totales significativement plus élevées lorsqu'elles sont soumises à essai avec le mode opératoire B, qu'avec le mode opératoire A. Voir l'[Annexe B](#).

2 Références normatives

Les documents ci-après, dans leur intégralité ou non, sont des références normatives indispensables à l'application 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 3696, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai*

ISO 6498, *Aliments des animaux — Lignes directrices pour la préparation des échantillons*

3 Termes et définitions

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

3.1

teneur en matières grasses brutes

fraction massique de substances extraites de l'échantillon selon le mode opératoire A spécifié

Note 1 à l'article: La teneur en matières grasses brutes est exprimée en fraction massique, en pourcentage.

3.2

teneur en matières grasses totales

fraction massique de substances extraites de l'échantillon selon le mode opératoire B spécifié

Note 1 à l'article: La teneur en matières grasses totales est exprimée en fraction massique, en pourcentage.

4 Principe

La matière grasse est extraite à l'aide d'éther de pétrole, utilisé comme solvant, au moyen de la méthode de Soxhlet modifiée par Randall. La prise d'essai est immergée dans le solvant en ébullition, puis rincée dans le solvant froid, ce qui permet de réduire la durée de l'extraction. Le solvant dissout les graisses, huiles, pigments et autres substances solubles. Après extraction, le solvant est évaporé et récupéré par condensation. Le résidu de matières grasses est déterminé par gravimétrie après séchage.

Pour la détermination de la teneur en matières grasses totales, l'échantillon est chauffé en présence d'acide chlorhydrique. L'hydrolyse rend les matières grasses chimiquement ou mécaniquement liées accessibles au solvant d'extraction. Le mélange est refroidi et filtré. Le résidu est lavé, séché et soumis à l'opération d'extraction ci-dessus.

Pour la détermination de la teneur en matières grasses totales, les échantillons ayant une teneur en matières grasses élevée (c'est-à-dire au moins 150 g/kg) font l'objet d'une extraction préalable au mode opératoire B.

5 Réactifs

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue.

5.1 Eau, conforme aux exigences de qualité 3 au minimum de l'ISO 3696.

5.2 Éther de pétrole, constitué principalement d'hydrocarbures avec six atomes de carbone, ayant une plage d'ébullition comprise entre 30 °C et 60 °C. L'indice de brome doit être inférieur à 1. Le résidu d'évaporation doit être inférieur à 20 mg/l.

5.3 Billes de verre, de 5 mm à 6 mm de diamètre ou **pastilles en carbure de silicium**.

5.4 Acide chlorhydrique, $c(\text{HCl}) = 3 \text{ mol/l}$.

5.5 Adjuvant de filtration, par exemple terre à diatomées portée à ébullition pendant 30 min dans l'acide chlorhydrique, $c(\text{HCl}) = 6 \text{ mol/l}$, lavée à l'eau ([5.1](#)) jusqu'à disparition de l'acide, puis séchée à 130 °C.

5.6 Acétone.

5.7 Coton, dégraissé.

5.8 Papier filtre dépourvu de matière grasse.

6 Appareillage

Matériel courant de laboratoire et, en particulier, ce qui suit.

6.1 Système d'extraction du solvant, dispositif d'extraction en deux étapes selon la méthode Randall, avec cycle de récupération du solvant, équipé de joints en fluoroélastomère ou en polytétrafluoroéthylène compatibles avec l'éther de pétrole.

6.2 Appareil à hydrolyse I, appareil à hydrolyse à positions multiples, permettant de réaliser l'ébullition avec l'acide, compatible avec le système d'extraction du solvant ([6.1](#)), utilisé pour l'hydrolyse selon [8.4.1](#).

6.3 Appareil à hydrolyse II, constitué soit d'un bécher d'une capacité de 400 ml et d'un verre de montre de diamètre approprié pour recouvrir le bécher, soit d'une fiole conique d'une capacité de 300 ml avec un réfrigérant à reflux, utilisé pour l'hydrolyse selon [8.4.2](#).

- 6.4 **Étuve**, pouvant être maintenue à $(103 \pm 2) ^\circ\text{C}$.
- 6.5 **Four à micro-ondes**, avec une position décongélation.
- 6.6 **Dessiccateur**, contenant un siccatif efficace.
- 6.7 **Cartouche-filtre**, adaptée à l'appareil à hydrolyse utilisé.
- 6.8 **Cartouches à extraction**, en cellulose, exemptes de produits extractibles par l'éther de pétrole, et **support** pour maintenir les cartouches.
- 6.9 **Nacelles pour extracteur**, en aluminium ou en verre, compatibles avec le système d'extraction du solvant (6.1).
- 6.10 **Cartouches en verre** pour hydrolyse.
- 6.11 **Balance analytique**, capable de peser à 10^{-2} mg près.
- 6.12 **Moulin ou broyeur**, équipé d'une grille de 1 mm ou, pour des échantillons dont la fraction massique de matières grasses est comprise entre 15 % et 20 %, un **broyeur à couteaux refroidi à l'eau**.
- 6.13 **Entonnoir de Büchner**.

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 et du stockage.

L'échantillonnage ne fait pas partie de la méthode spécifiée dans la présente Norme internationale. Les méthodes d'échantillonnage recommandées sont indiquées dans l'ISO 24333.

8 Mode opératoire

8.1 Préparation de l'échantillon pour essai

Broyer (6.12) les échantillons pour laboratoire à une granulométrie inférieure à 1 mm.

Pour les aliments pour animaux, préparer l'échantillon pour essai conformément aux spécifications de l'ISO 6498.

8.2 Prise d'essai

La prise d'essai, m_1 , est constituée de 1 g à 5 g de l'échantillon pour essai broyé pesé à 1 mg près.

Si la teneur en matières grasses de l'échantillon pour essai est supérieure à 150 g/kg, débiter le mode opératoire en 8.3 pour la détermination de la teneur en matières grasses totales et poursuivre avec 8.4 et 8.5.

Dans tous les autres cas, débiter le mode opératoire en 8.4 pour la détermination de la teneur en matières grasses totales (mode opératoire B) et en 8.5 pour la détermination de la teneur en matières grasses brutes (mode opératoire A).