

T1972TECH03

ETUDE COMPARATIVE DES METHODES DE DOSAGE DES MATIERES GRASSES DES GRAINES DE TOURNESOL

M. CHANET (France)

La détermination de la teneur en huile des graines de tournesol et des graines oléagineuses en général est un dosage conventionnel qui ne correspond pas toujours aux taux d'huile extraits et raffinés en usine.

Les modes opératoires ou leurs variantes sont nombreux. Leur choix est fonction de la rapidité et de la précision avec lesquelles les laboratoires désirent obtenir les résultats, et du prix de revient de l'analyse.

C'est pourquoi nous avons voulu comparer à la méthode de référence appliquée au niveau de la Communauté Européenne (J.O. n° 151, annexe II) les résultats de trois autres modes opératoires couramment utilisés en France.

Il s'agit :

- de la recommandation I.S.O. n° 659,
- d'une variante mise en oeuvre au laboratoire du CETIOM,
- de la méthode densimétrique à l'oléomètre D 10.

La variante de la recommandation I.S.O. consiste à broyer dans de l'hexane les 10 grammes de l'échantillon de graine à analyser. La durée de broyage est de 5 mn et s'effectue dans un bol à fermeture hermétique d'un broyeur à bille. La mouture ainsi obtenue est suffisamment fine pour éviter le pré-broyage et les broyages secondaires. La durée de l'analyse est de 3 heures au lieu des 8 à 12 heures de la méthode de référence.

Le dosage à l'oléomètre D 10 consiste à broyer 50 grammes de l'échantillon à analyser dans 100 ml d'orthodichlorobenzène rectifié à la densité de 1,306. La densité du mélange huile plus solvant est déterminée après avoir éliminé, par filtration, les parties solides du broyat. Admettant la densité de l'huile constante pour une espèce donnée, il est facile de calculer le poids d'huile extrait dans le solvant et de l'exprimer par rapport au poids des graines analysées. Les résultats peuvent ainsi être connus en 10 mn environ.

La méthode décrite au J.O. de la C.E.E. (Communauté Européenne Economique) laissait le choix aux manipulateurs entre 2 modes de broyage, soit au mortier après avoir mélangé les graines à du sable, soit au

broyeur mécanique du type microbroyeur à billes. Ce texte a été modifié depuis : le broyage doit se faire mécaniquement. Néanmoins, il est intéressant de comparer les résultats obtenus selon les 2 types de broyage quand on sait que pour le colza les résultats sont systématiquement différents, le broyage mécanique permettant d'extraire davantage de matières.

L'huilier est seulement intéressé par l'amande puisqu'il élimine les coques avant la trituration. Cependant, le prix d'achat des graines est calculé selon le taux de matières grasses extraites de la graine entière. Les cires apportées par les coques présentent de nombreux inconvénients. Il est même nécessaire de les éliminer lors du raffinage des huiles. Les taux de cire dans les coques varient selon les variétés de 0,5 à 6 %, ce qui représente 0,20 à 2 % de la teneur en huile globale de la graine. On constate également que les nouvelles variétés ont les coques les plus riches en cires. C'est pourquoi, nous avons voulu étudier la spécificité de ces méthodes pour le dosage des matières grasses des graines aux coques riches en cires.

DISPOSITIF EXPERIMENTAL ET RESULTATS

Les méthodes ont été testées avec 2 variétés très différentes : le gris strié et le G.F.T.P. La première compte 40 % de coques et seulement 30 % d'huile tandis que la seconde contient 50 % d'huile et 20 % de coques.

Les analyses ont été faites sur les amandes, les coques et sur les graines entières sauf en ce qui concerne la méthode densimétrique pour laquelle les déterminations n'ont été faites que sur graines entières.

Pour chaque série, l'écart type et l'intervalle de confiance à 95-99 % ont été calculés ; les résultats sont fonction des méthodes et des variétés.

Pour une même méthode, l'écart type varie en fonction du taux de coques et de la richesse en huile des graines.

La méthode CETIOM permet d'obtenir les écarts types les plus faibles lorsqu'il s'agit de la variété riche en huile et au faible taux de coques, et inversement pour la variété riche en coques, le broyage au mortier donne les meilleurs résultats.

EVALUATION DE LA PRECISION DES METHODES

C.F.T.P. : résultats individuels

Traitements	Graines entières			Amandes			Coques		
	J.O.	I.S.O.	CETIOM	J.O.	I.S.O.	CETIOM	J.O.	I.S.O.	CETIOM
Moyenne en %	51,035	51,286	50,956	64,617	64,615	64,031	5,200	5,803	5,428
Ecart type	1,451	1,116	0,537	0,646	0,632	0,522	0,443	0,861	1,046
Intervalle de confiance à 95 %	48,190	49,097	49,903	63,351	63,376	63,006	4,331	4,114	3,378
	53,880	53,475	52,010	65,884	65,854	65,055	6,070	7,491	7,479
Intervalle de confiance à 99 %	47,296	48,409	49,572	62,953	62,987	62,684	4,057	3,584	2,734
	54,774	54,162	52,341	66,281	66,243	65,377	6,348	8,022	8,123

GRIS STRIE : résultats individuels

Traitements	Graines entières			Amandes			Coques		
	J.O.	I.S.O.	CETIOM	J.O.	I.S.O.	CETIOM	J.O.	I.S.O.	CETIOM
Moyenne	32,419	32,428	32,105	55,257	55,574	54,859	1,441	1,667	1,715
Ecart type	0,496	0,795	1,314	1,065	1,141	0,658	0,325	0,402	0,554
Intervalle de confiance à 95 %	31,447	30,869	29,528	53,180	53,330	53,666	0,802	0,878	0,627
	33,392	33,987	34,682	57,345	57,818	56,051	2,080	2,457	2,802
Intervalle de confiance à 99 %	31,141	30,379	28,719	52,512	52,625	53,292	0,602	0,630	0,285
	33,697	34,476	35,492	58,001	58,522	56,426	2,280	2,705	3,144

De cette étude, il ressort que les précisions des méthodes sont très voisines, et la comparaison des résultats moyens ne fait pas ressortir de différence significative entre les résultats obtenus sur graines entières.

COMPARAISON DES RESULTATS MOYENS OBTENUS SUR GRAINES ENTIERES

	G.F.T.P.	G.S.	Moyenne
J.O.	51,03	32,41	41,72
I.S.O.	51,28	32,42	41,85
C.E.T.I.O.M.	50,95	32,10	41,52
Moyenne	51,09	32,31	41,70

Origine de la variation	Variation	dl	Variance	F calculé	F théorique 0,05
V. totale	6 379,2	71			
V. blocs	2,5	11	0,23	0,42	1,99
V. traitements	6 346,6	5	1 269,32	2 321,41	2,39
V. méthodes	1,2	2	9,064	1,183	3,17
V. variétés	6 345,1	1	6 345,11	11 604,11	4,02
V. inter méthodes x variétés	0,2	2	0,11	0,207	3,17
V. résiduelle	30,0	55	0,54		

Coefficient de variation : 1,77

Par contre, des différences significatives apparaissent entre les résultats lorsque les amandes sont analysées seules.

Le broyage mécanique en présence de solvant donne, dans tous les cas, des résultats différents

des deux autres types de broyage. Les méthodes I.S.O. et celle du J.O. de la C.E.E. donnent des résultats identiques pour les amandes riches en huile et des résultats différents lorsqu'il s'agit d'amandes pauvres en huile.

COMPARAISON DES RESULTATS MOYENS OBTENUS SUR AMANDES

	G.F.T.P.	G.S.	Moyenne
J.O.	64,61	55,25	59,93
I.S.O.	64,61	55,57	60,04
C.E.T.I.O.M.	64,03	54,85	59,44
Moyenne	64,42	55,22	59,82

Origine de la variation	Variation	dl	Variance	F calculé	F théorique 0,05
V. totale	1 548,4	71			
V. blocs	10,0	11	0,91	4,20	1,99
V. traitements	1 526,3	5	305,27	1 401,27	2,39
V. méthodes	5,5	2	2,75	12,669	3,17
V. variétés	1 520,5	1	1 520,57	6 892,64	4,02
V. inter méthodes x variétés	0,3	2	0,15	0,707	3,17
V. résiduelle	11,9	55	0,21		

Coefficient de variation 0,78

ppds 0,05 concernant les méthodes d'analyses ... 0,26

ppds 0,01 concernant les méthodes d'analyses ... 0,40

CONCLUSIONS

Ces méthodes permettent de déterminer, de manière satisfaisante, la teneur en matières grasses des amandes et des graines de tournesol entières. Par contre, elles ne sont pas adaptées au dosage des cires dans les coques (coefficient de variation des essais supérieur à 20).

La répétabilité des résultats des trois méthodes est très voisine. Cependant, il faut noter que, lorsque les échantillons sont riches en huile et pauvres en coques, ce qui est le cas général des variétés actuellement cultivées, les meilleurs résultats sont obtenus avec un broyage mécanique des produits en présence de solvant. Cette technique a l'avantage d'obtenir un résultat en 3 heures au lieu de 12.

De plus, les pesées s'effectuant sur graines entières, le problème de la détermination du poids sec en est simplifié et une même batterie de matériel peut servir à 2 analyses par jour.

Sur graines entières, on ne note pas d'écart significatif entre les résultats moyens obtenus à partir des trois méthodes. Il n'y a donc pas de différence entre la méthode décrite au J.O. et celle recommandée par l'I.S.O. comme on pouvait le supposer a priori, avant de faire cette étude au vu des résultats colza.

La méthode densimétrique comparée à la méthode officielle permet d'obtenir des résultats

identiques, à la condition de déterminer les taux d'huile sur des graines non desséchées à l'étuve à 102°.

Pour $n = 30$

$P = 0,05$

$t = 2,045$

Série	Variance	Ecart type d'une moyenne	Intervalle de confiance pour la moyenne
Méthode officielle	0,189	0,794	$\pm 0,158$
Méthode rapide à l'OLEOMETRE avec grain sec	0,525	0,175	$\pm 0,264$
Méthode rapide avec du grain tel quel	0,258	0,92	$\pm 0,184$

SCHEMA COMPARATIF DES METHODES

Méthode définie au J.O. n° 151 - Annexe II

5 g de graines broyées

Séchage 1 h à 95°C

Broyage au MORTIER avec SABLE

Extraction 4 heures à l'ETHER de PETROLE

Second broyage au MORTIER avec SABLE

Extraction 2 heures

Répétition de (A) et (B) jusqu'à obtention d'un poids de substance égal ou inférieur à 10 mg

Elimination du solvant

Pesée de l'huile

(A)

(B)

Recommandation I.S.O. n° 659

10 g de graines broyées

Broyage au MICROBROYEUR

Extraction 4 heures à l'HEXANE ou Ether de Pétrole

Second broyage au MICROBROYEUR

Extraction 2 heures

Répétition de (A) et (B) jusqu'à obtention d'un poids de substance égal ou inférieur à 10 mg

Elimination du solvant

Pesée de l'huile

Méthode utilisée au C.E.T.I.O.M.

10 g de graines entières

Broyage au MICROBROYEUR avec 30 ml d'Hexane

Extraction 3 heures à l'HEXANE

Elimination du solvant

Pesée de l'huile

Méthode densimétrique

50 g de graines entières

Broyage à l'OLEOMETRE D 10 C.N.I.A. 3 mm

Filtration

Mesure de la densité du mélange huile + solvant