

	<b>DÉTERMINATION DE LA TENEUR EN SEDIMENT S DANS LES HUILES VÉGÉTALES</b>	
---	---	---

Mode Opérateur		Version : 01
----------------	--	--------------

## 1 Objet

La procédure à pour objectif déterminer la teneur en sédiments dans une huile végétale par extraction au toluène.

## 2 Domaine d'application

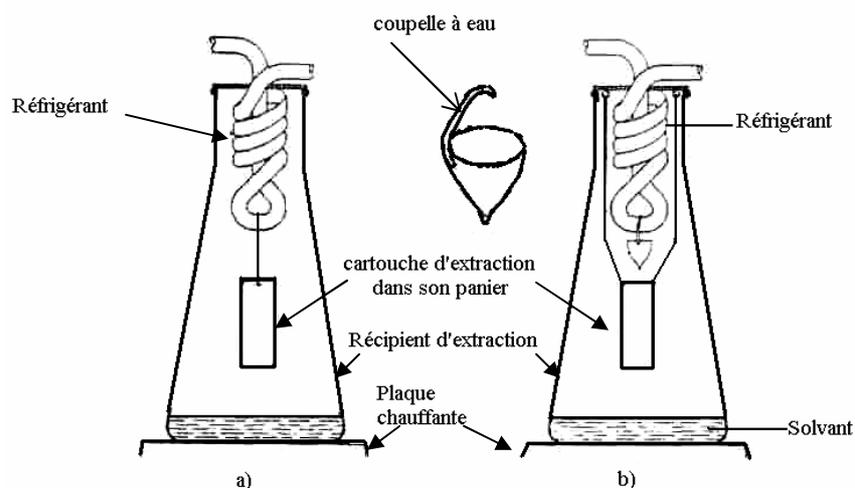
La procédure s'applique à toutes les huiles d'origine végétale.

## 3 Définitions

La teneur en sédiment est la quantité des particules et autres matières étrangères insolubles résultant du processus d'extraction ou de filtration de l'huile.

## 4 Équipement

- Appareil d'extraction
  - L'Appareil d'extraction comprend les éléments suivants :
    - Un récipient d'extraction conique à col large, de capacité 1 litre
    - Un réfrigérant ayant la forme d'un serpentin métallique
    - Une cartouche d'extraction poreuse en matière réfractaire
    - Un panier support de cartouche.
    - Une coupelle à eau utilisée dans les essais d'échantillons à forte teneur en eau
- Dessiccateur
- Balance analytique, précision à  $\pm 0,00001$ g près
- Etuve à chauffage électrique,
- Une plaque chauffante pour vaporiser le solvant



*Appareil d'extraction pour la détermination de la teneur en sédiments montrant en b) la coupelle à eau en position*

Mode Opérateur	Version : 01
----------------	--------------

## 5 Références

Norme ISO 3735

## 6 Mode opératoire

### 6.1 Echantillonnage

Agiter vigoureusement l'échantillon pour une homogénéisation avant de prélever la prise d'essai pour l'introduire dans la cartouche.

### 6.2 Mode opératoire

#### 6.2.1 Préliminaire

1<sup>er</sup> cas) Pour les essais d'arbitrage, il est nécessaire d'utiliser une cartouche d'extraction neuve.

2<sup>ème</sup> cas) par contre pour les essais de routine, les mêmes cartouches peuvent servir Pour plusieurs déterminations successives portant sur les échantillons différents. La dernière extraction d'une première détermination sera considérée comme l'extraction préliminaire de la détermination suivante.

3<sup>ème</sup> cas) Au cas où la masse des sédiments accumulés au bout de plusieurs déterminations, il est recommandé d'en éliminer la partie combustible en chauffant au rouge mat (au four électrique de préférence) puis de soumettre la cartouche à une extraction préliminaire avant de l'utiliser pour une autre détermination.

**Remarque** : Avant d'utiliser une cartouche neuve il faut :

- Frotter la face externe avec un papier de verre fin
- Faire subir à la cartouche une extraction préliminaire, avec du toluène, en laissant le solvant s'égoutter durant une 1h au moins.
- Puis sécher la cartouche durant 1h à une température de 115 à 120°C Laisser refroidir dans un dessiccateur durant 1h et la peser.

#### 6.2.2 Manipulation

- Déterminer dans un premier temps masse initiale de la cartouche. Noter la masse  $m_0$
- Introduire dans la cartouche une prise d'essai de 10 g environ (pesée à 0,01g près), prélevée dans l'échantillon, aussitôt après avoir agité vigoureusement celui-ci.
- Placer la cartouche dans l'appareil comme indiquée sur la figure ci dessus.

Mode Opérateur		Version : 01
----------------	--	--------------

- Procéder à l'opération d'extraction avec du toluène durant 30 min après l'obtention d'un solvant incolore tombant de la cartouche.
- L'extraction terminée, sécher la cartouche à l'étuve durant 1h à une température située entre 115 et 120 °C.
- Laisser refroidir la cartouche dans un dessiccateur pendant 1h.
- Peser ensuite la cartouche + sédiment qui est la masse de la première extraction noté  $m_1$ .
- Répéter l'extraction mais cette fois-ci en laissant le solvant s'écouler de la cartouche durant 1 h au moins (au lieu de 30 min comme à la première extraction) mais pas plus de 1,25 h.
- Sécher, laisser refroidir et peser la cartouche. Noter  $m_2$ , la masse de seconde extraction.
- L'opération d'extraction se répétera jusqu'à ce que la masse de la cartouche augmentée de celle des sédiments après deux extractions successives ne diffère pas de plus de 0,2 mg. en générale deux extractions suffisent.

Nous obtenons ainsi les masses  $m_0, m_1, m_2, \dots, m_s$ .

## 7 Calcul de la teneur en sédiments

La masse des sédiments est estimée en pourcentage de l'échantillon initial.

$$\text{Teneur en sédiments} = (m_s - m_0) / M$$

La teneur en sédiment est exprimée en mg/kg soit ppm

$m_s$  : masse {cartouche + sédiment de la dernière extraction} en mg

$m_0$  : masse {cartouche} initiale en mg

$M$  : masse de l'échantillon initial en g