
NORME INTERNATIONALE 5554

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION • МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ • ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

Produits à base de viande — Détermination de la teneur en amidon (Méthode de référence)

Meat products — Determination of starch content (Reference method)

Première édition — 1978-06-15

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 5554:1978](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b312c35e-b630-419e-8233-da2dfa739bc0/iso-5554-1978)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b312c35e-b630-419e-8233-da2dfa739bc0/iso-5554-1978>

CDU 637.5 : 543.854.746

Réf. n° : ISO 5554-1978 (F)

Descripteurs : produit à base de viande, analyse chimique, dosage, amidon, méthode volumétrique.

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 confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique correspondant. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO, participent également aux travaux.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes internationales par le Conseil de l'ISO.

La Norme internationale ISO 5554 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits agricoles alimentaires*, et a été soumise aux comités membres en septembre 1976.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b12c35e-b630-419e-8233-da2dfa739b/iso-5554-1978>

Afrique du Sud, Rép. d'	Egypte, Rép. arabe d'	Pologne
Allemagne	Espagne	Portugal
Australie	France	Roumanie
Autriche	Inde	Royaume-Uni
Bulgarie	Irlande	Tchécoslovaquie
Chili	Nouvelle-Zélande	U.R.S.S.
Corée, Rép. de	Pays-Bas	Yougoslavie

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

Produits à base de viande – Détermination de la teneur en amidon (Méthode de référence)

1 OBJET

La présente Norme internationale spécifie une méthode de référence pour la détermination de la teneur en amidon des produits à base de viande.

2 DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme internationale s'applique uniquement aux produits qui ne contiennent pas d'additifs, autres que l'amidon, donnant des sucres réducteurs par hydrolyse.

3 RÉFÉRENCE

ISO 3100, *Viandes et produits à base de viande – Échantillonnage*.

4 DÉFINITION

teneur en amidon des produits à base de viande : Teneur en amidon déterminée selon le mode opératoire décrit dans la présente Norme internationale et exprimée en pourcentage en masse.

5 PRINCIPE

Chauffage d'une prise d'essai avec une solution éthanolique d'hydroxyde de potassium jusqu'à dissolution complète des composants de la viande. Décantation, lavage du résidu à l'éthanol chaud, filtration, dissolution dans l'acide chlorhydrique et hydrolyse. Détermination titrimétrique du glucose formé.

6 RÉACTIFS

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique reconnue. L'eau utilisée doit être de l'eau distillée ou de l'eau de pureté au moins équivalente.

6.1 Hydroxyde de potassium, solution éthanolique.

Dissoudre 50 g d'hydroxyde de potassium dans 800 ml d'éthanol à 95 % (V/V) et compléter à 1 000 ml avec le même éthanol.

6.2 Éthanol, à 80 % (V/V).

6.3 Acide chlorhydrique, solution 1,0 M (exempte de chlore).

6.4 Bleu de bromothymol, solution à 10 g/l dans de l'éthanol à 95 % (V/V).

6.5 Hydroxyde de sodium, solution à 300 g/l.

6.6 Solutions pour la précipitation des protéines.

Solution I

Dissoudre 106 g d'hexacyanoferrate(II) de potassium trihydraté $[K_4Fe(CN)_6 \cdot 3H_2O]$ dans de l'eau, dans une fiole jaugée de 1 000 ml et compléter au trait repère.

Solution II

Dissoudre 220 g d'acétate de zinc dihydraté $[Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O]$ dans de l'eau, dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Ajouter 30 ml d'acide acétique cristallisable et compléter au trait repère avec de l'eau.

6.7 Réactif cuprique

Préparer les solutions suivantes :

a) 25 g de sulfate de cuivre(II) pentahydraté $(CuSO_4 \cdot 5H_2O)$ dans 100 ml d'eau;

b) 144 g de carbonate de sodium (Na_2CO_3) dans 300 à 400 ml d'eau à 50 °C;

c) 50 g d'acide citrique monohydraté $(C_6H_8O_7 \cdot H_2O)$ dans 50 ml d'eau.

Ajouter, lentement et avec précaution, la solution c) à la solution b), en agitant constamment. Poursuivre l'agitation jusqu'à ce qu'il n'y ait plus de dégagement de dioxyde de carbone.

Ajouter la solution a) en agitant constamment.

Laisser refroidir à la température ambiante, transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au trait repère et filtrer au bout de 24 h.

Le pH de la solution, après dilution 1 + 49 avec de l'eau récemment bouillie puis refroidie, doit être de $10,0 \pm 0,1$.

6.8 Empois d'amidon (indicateur)

À 1 litre d'eau bouillante, ajouter un mélange formé de 10 g d'amidon soluble, 10 mg d'iodure de mercure(II) (comme conservateur) et 30 ml d'eau. Poursuivre l'ébullition durant 3 min et refroidir.

6.9 Thiosulfate de sodium, solution titrée environ 0,1 N.

6.9.1 Préparation

Dissoudre, dans 1 000 ml d'eau récemment bouillie puis refroidie, 25 g de thiosulfate de sodium pentahydraté ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) et ajouter 0,2 g de carbonate de sodium décahydraté ($\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$). Laisser la solution reposer durant 1 journée avant l'étalonnage.

6.9.2 Étalonnage

Peser 150,0 mg d'iodate de potassium séché, les dissoudre dans 25 ml d'eau et ajouter 2 g d'iodure de potassium et 10 ml de la solution d'acide chlorhydrique (6.3).

Titrer avec la solution de thiosulfate de sodium en agitant constamment. Lorsque la solution est devenue jaune pâle, ajouter 1 ml de l'empois d'amidon (6.8) et poursuivre le titrage jusqu'à disparition de la coloration bleue. La normalité, T , de la solution de thiosulfate de sodium est alors calculée à l'aide de la formule

$$T = \frac{6m}{214,0V}$$

où

m est la masse, en milligrammes, d'iodate de potassium;

V est le volume, en millilitres, de la solution de thiosulfate de sodium ajouté à la solution d'iodate de potassium;

$\frac{214,0}{6}$ est la masse moléculaire relative de l'iodate de potassium.

6.10 Iodure de potassium, solution à 100 g/l.

Dissoudre 10 g d'iodure de potassium dans de l'eau et compléter à 100 ml. Conserver la solution dans un flacon en verre brun foncé.

6.11 Acide chlorhydrique, solution à 25 % (m/m) (exempte de chlore).

Diluer 100 ml d'acide chlorhydrique concentré exempt de chlore (ρ_{20} 1,19 g/ml) avec 60 ml d'eau.

7 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et notamment :

7.1 Hachoir mécanique à viande, type de laboratoire, muni d'une plaque perforée dont les trous ont un diamètre ne dépassant pas 4 mm.

7.2 Bain d'eau bouillante.

7.3 Papiers filtres plissés, de 15 cm de diamètre, exempts d'amidon.

7.4 Plaque d'amiante avec trou circulaire, adaptable au fond de la fiole conique (7.5).

7.5 Fiole conique, de 250 à 300 ml de capacité, à col rodé, munie d'un bouchon en verre rodé.

7.6 Réfrigérant à air, muni d'un joint conique adaptable au col de la fiole conique (7.5).

7.7 Régularisateurs d'ébullition (par exemple grains de pierre ponce ou billes en verre).

7.8 Burette, de 50 ml de capacité, conforme à l'ISO/R 385, classe A.

7.9 pH-mètre.

8 ÉCHANTILLON

8.1 Opérer sur un échantillon représentatif d'au moins 200 g. Voir ISO 3100.

8.2 Conserver l'échantillon, si nécessaire, de façon à éviter toute détérioration et tout changement dans sa composition.

9 MODE OPÉRATOIRE

9.1 Préparation de l'échantillon pour essai

Rendre l'échantillon homogène par au moins deux passages dans le hachoir à viande (7.1) et mélange. Garder l'échantillon dans un flacon fermé, étanche et rempli complètement, et le conserver, si nécessaire, de façon à éviter toute détérioration et tout changement dans sa composition. Analyser l'échantillon dès que possible après l'homogénéisation, mais toujours dans les 24 h.

9.2 Prise d'essai

Peser, à 0,1 g près, dans un bécher de 500 ou 600 ml, environ 25 g de l'échantillon pour essai (9.1). Si la masse d'amidon correspondant à cette prise d'essai est présumée supérieure à 1 g, réduire la prise d'essai en conséquence.

9.3 Isolement de l'amidon

Ajouter, à la prise d'essai, en agitant à l'aide d'une baguette en verre, 300 ml de la solution éthanolique d'hydroxyde de potassium (6.1) chaude et couvrir le bécher d'un verre de montre. Chauffer au bain d'eau bouillante (7.2) durant 1 h en agitant de temps à autre. Décanter la solution, entraîner quantitativement le résidu contenant l'amidon sur un papier filtre (7.3), le laver en utilisant de l'éthanol (6.2) chaud et en s'aidant d'une baguette en verre munie d'un embout en caoutchouc. Maintenir humide le papier filtre.

NOTE — Dans certains cas, la centrifugation peut être préférable à la filtration.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 5554-1978
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b312c35e-b630-419e-8233-da2dfa739bc0/iso-5554-1978>

9.4 Hydrolyse

Séparer immédiatement le résidu du papier filtre à l'aide d'une baguette en verre. Faire un trou dans le papier filtre et entraîner le résidu contenant l'amidon dans un bécher de 250 ml en utilisant 100 ml de la solution d'acide chlorhydrique (6.3) chaude. Recouvrir le bécher d'un verre de montre, l'immerger dans le bain d'eau bouillante et l'y laisser séjourner 2,5 h en agitant de temps à autre à l'aide d'une baguette en verre.

Refroidir la solution et neutraliser en ajoutant la solution d'hydroxyde de sodium (6.5), goutte à goutte, en prenant soin que le pH ne dépasse pas 6.5; le vérifier au pH-mètre (7.9).

Transvaser quantitativement le mélange dans une fiole jaugée de 200 ml en lavant avec de l'eau, ajouter 3 ml de la solution I (6.6) et, après avoir mélangé, 3 ml de la solution II (6.6), et compléter au trait repère.

Mélanger et filtrer sur un papier filtre plissé (7.3). Immédiatement avant de pipetter une partie aliquote pour l'opération suivante, rendre le filtrat alcalin au bleu de bromothymol (6.4) en ajoutant 1 ou 2 gouttes de la solution d'hydroxyde de sodium (6.5).

9.5 Détermination du glucose

Si l'on ne connaît pas la teneur approximative en amidon de l'échantillon, effectuer un essai préalable en vue de la déterminer.

Diluer une partie aliquote (V_2) du filtrat (9.4) avec de l'eau jusqu'à un volume connu (V_3), de façon que 25 ml de la solution diluée contiennent de préférence entre 40 et 50 mg de glucose et, de toute façon, pas plus de 60 mg.

Mélanger, prélever, à l'aide d'une pipette, 25,0 ml de la solution diluée et les introduire dans la fiole conique (7.5). Introduire, au moyen d'une autre pipette, 25,0 ml du réactif cuprique (6.7) dans la fiole et ajouter quelques régularisateurs d'ébullition (7.7).

NOTE — Il est essentiel que le volume total du liquide soit toujours de 50,0 ml à ce stade.

Relier le réfrigérant (7.6) à la fiole. Placer la fiole munie du réfrigérant sur une toile métallique recouverte de la plaque d'amiante (7.4).

Porter le liquide à l'ébullition sur la flamme d'un bec de gaz en 2 min environ et poursuivre doucement l'ébullition durant exactement 10 min. Ensuite, refroidir rapidement jusqu'à la température ambiante. Débrancher le réfrigérant et ajouter 30 ml de la solution d'iodure de potassium (6.10), puis, avec précaution mais aussi rapidement que possible, 25 ml de la solution d'acide chlorhydrique (6.11). Boucher la fiole et la laisser ainsi jusqu'au moment du titrage.

Titrer l'iode libéré avec la solution titrée de thiosulfate de sodium (6.9). Lorsque la solution est devenue jaune pâle, ajouter environ 1 ml de l'empois d'amidon (6.8) et poursuivre le titrage jusqu'à disparition de la coloration bleue.

9.6 Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc, en suivant le même mode opératoire qu'en 9.5, mais en prenant 25,0 ml d'eau au lieu des 25,0 ml du filtrat dilué.

10 EXPRESSION DES RÉSULTATS

10.1 Mode de calcul et formules

Calculer la différence entre les volumes obtenus lors des deux titrages, exprimée en millilitres de solution de thiosulfate de sodium exactement 0,1 N, à l'aide de la formule

$$10 T \times (V_0 - V_1)$$

où

T est la normalité de la solution titrée de thiosulfate de sodium (voir 6.9.2);

V_0 est le volume, en millilitres, de la solution titrée de thiosulfate de sodium (6.9), utilisé pour l'essai à blanc (9.6);

V_1 est le volume, en millilitres, de la solution titrée de thiosulfate de sodium (6.9), utilisé pour le filtrat dilué (9.5).

Calculer la teneur en amidon, en pourcentage en masse, à l'aide de la formule

$$\frac{m_1}{1\ 000} \times 0,9 \times \frac{V_3}{25} \times \frac{200}{V_2} \times \frac{100}{m_0} = 0,72 \times \frac{V_3}{V_2} \times \frac{m_1}{m_0}$$

où

V_2 est le volume, en millilitres, de la partie aliquote non diluée (voir 9.5);

V_3 est le volume, en millilitres, de la partie aliquote diluée (voir 9.5);

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai (9.2);

m_1 est la masse, en milligrammes, de glucose, déterminée à l'aide de l'expression $10 T \times (V_0 - V_1)$ par référence à la table (page 4) ou au graphique (page 5).

0,9 est le facteur de conversion de la masse de glucose, m_1 , en masse correspondante d'amidon.

Exprimer le résultat à 0,1 % près.

10.2 Fidélité

10.2.1 Répétabilité

La différence entre les résultats de deux déterminations, effectuées simultanément ou rapidement l'une après l'autre par le même analyste, ne doit pas dépasser 0,2 g d'amidon pour 100 g d'échantillon.

10.2.2 *Reproductibilité*

La différence entre les résultats de deux déterminations, effectuées sur le même échantillon dans deux laboratoires différents, ne doit pas dépasser 0,3 g d'amidon pour 100 g d'échantillon.

et le résultat obtenu. Il doit, en outre, mentionner tous les détails opératoires non prévus dans la présente Norme internationale, ou facultatifs, ainsi que les incidents éventuels susceptibles d'avoir agi sur le résultat.

Le procès-verbal d'essai doit donner tous les renseignements nécessaires à l'identification complète de l'échantillon.

11 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

Le procès-verbal d'essai doit indiquer la méthode utilisée

TABLE – Conversion des millilitres de solution de thiosulfate de sodium 0,1 N en milligrammes de glucose

10 T x (V ₀ - V ₁)	Masse correspondante de glucose	
	m ₁	Δ m ₁
ml de solution de thiosulfate de sodium 0,1 N	mg	mg
1	2,4	
2	4,8	2,4
3	7,2	2,4
4	9,7	2,5
5	12,2	2,5
6	14,7	2,5
7	17,2	2,5
8	19,8	2,6
9	22,4	2,6
10	25,0	2,6
11	27,6	2,6
12	30,3	2,7
13	33,0	2,7
14	35,7	2,7
15	38,5	2,8
16	41,3	2,8
17	44,2	2,9
18	47,1	2,9
19	50,0	2,9
20	53,0	3,0
21	56,0	3,0
22	59,1	3,1
23	62,2	3,1

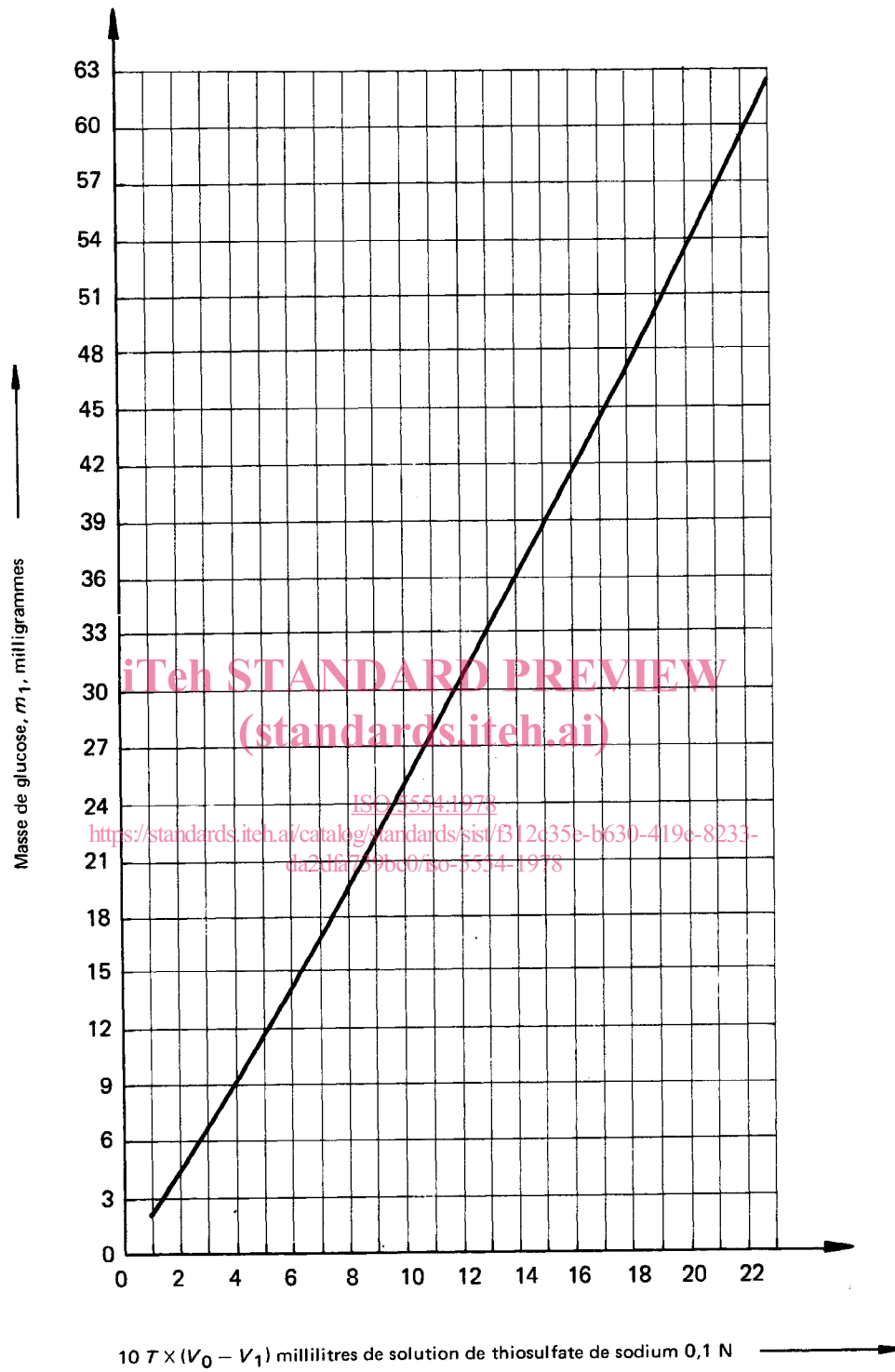


FIGURE — Graphique pour la conversion des millilitres de solution de thiosulfate de sodium 0,1 N en milligrammes de glucose

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 5554:1978

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f312c35e-b630-419e-8233-da2dfa739bc0/iso-5554-1978>