
**Aliments des animaux — Détermination
de la teneur en amidon — Méthode
polarimétrique**

*Animal feeding stuffs — Determination of starch content —
Polarimetric method*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 6493:2000](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d3bd9742-b017-4e68-87a9-3b0836fb9612/iso-6493-2000)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d3bd9742-b017-4e68-87a9-3b0836fb9612/iso-6493-2000>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6493:2000

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d3bd9742-b017-4e68-87a9-3b0836fb9612/iso-6493-2000>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2000

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, 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 et les microfilms, sans l'accord écrit de l'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Version française parue en 2011

Publié en Suisse

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 (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 3.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

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.

L'ISO 6493 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits agricoles alimentaires*, sous-comité SC 10, *Aliments des animaux*.

Les Annexes A et B de la présente Norme internationale sont informatives uniquement.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 6493:2000

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d3bd9742-b017-4e68-87a9-3b0836fb9612/iso-6493-2000>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6493:2000

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d3bd9742-b017-4e68-87a9-3b0836fb9612/iso-6493-2000>

Aliments des animaux — Détermination de la teneur en amidon — Méthode polarimétrique

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode pour la détermination de la teneur en amidon par polarimétrie dans les aliments des animaux et les matières premières des aliments des animaux.

La méthode n'est pas applicable aux produits qui, en plus de l'amidon, contiennent d'autres substances qui sont optiquement actives pendant l'analyse et ne se dissolvent pas dans l'éthanol à 40 %. On peut citer comme exemples de ce type de produits la pulpe de pomme de terre, les chips de betterave, les sous-produits de betterave, la levure, les produits à base de soja, le lupin et les produits riches en inuline (par exemple les racines de chicorée et le topinambour). Dans ces cas, un dosage enzymatique de la teneur en amidon peut être utilisé.

Cette méthode n'est pas applicable pour la quantification de l'amidon lorsque la teneur en amylose dépasse 40 % (par exemple amidon de maïs riche en amylose de type Hylon VII).

ATTENTION — Suivant l'intensité du traitement chaleur/humidité qu'a subi le produit, une teneur en amidon trop faible peut être déterminée.

iTeh STANDARD PREVIEW

2 Références normatives (standards.iteh.ai)

Les documents normatifs suivants contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui y est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Pour les références datées, les amendements ultérieurs ou les révisions de ces publications ne s'appliquent pas. Toutefois, les parties prenantes aux accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des documents normatifs indiqués ci-après. Pour les références non datées, la dernière édition du document normatif en référence s'applique. Les membres de l'ISO et de la CEI possèdent le registre des Normes internationales en vigueur.

ISO 3310-1, *Tamis de contrôle — Exigences techniques et vérifications — Partie 1: Tamis de contrôle en tissus métalliques*

ISO 3696, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai*

ISO 6498, *Aliments des animaux — Préparation des échantillons pour essai*

3 Termes et définitions

Pour les besoins de la présente Norme internationale, les termes et définitions suivants s'appliquent.

3.1

amidon

polymère végétal naturel composé de chaînes longues non ramifiées d'unités de glucose liées par des liaisons α -1,4 (amylose) et/ou de chaînes longues ramifiées par des liaisons α -1,6 d'unités de glucose elles-mêmes liées par des liaisons α -1,4 (amylopectine)

3.2

teneur en amidon

fraction massique d'amidon et de ses produits de décomposition de masse moléculaire élevée, insoluble dans l'éthanol à 40 % et déterminée conformément à la présente Norme internationale

NOTE La teneur en amidon est exprimée en grammes par kilogramme.

4 Principe

Une prise d'essai est décomposée avec de l'acide chlorhydrique dilué, puis l'amidon solubilisé est gélatinisé et partiellement hydrolysé.

Le pouvoir rotatoire total de la solution clarifiée est déterminé.

Une correction est réalisée pour tenir compte du pouvoir rotatoire causé par d'autres substances qui sont solubles dans l'éthanol à 40 % et optiquement actives après traitement à l'acide chlorhydrique dilué.

La teneur en amidon est calculée en multipliant le pouvoir rotatoire corrigé par un facteur connu.

5 Réactifs

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue.

5.1 Eau, conforme au minimum à la qualité 3 selon l'ISO 3696.

5.2 Éthanol (C_2H_5OH), à 40 % (fraction volumique).

5.3 Rouge de méthyle, solution dans l'éthanol à 96 % (fraction volumique), $\rho(\text{rouge de méthyle}) = 1 \text{ g/l}$.

5.4 Acide chlorhydrique, $c(HCl) = 0,31 \text{ mol/l}$.

Vérifier la concentration par titrage avec une solution d'hydroxyde de sodium à 0,100 mol/l en utilisant du rouge de méthyle comme indicateur. Une partie aliquote de 10 ml d'acide chlorhydrique doit neutraliser $(31,0 \pm 0,1)$ ml de la solution d'hydroxyde de sodium.

ATTENTION — Une concentration en acide chlorhydrique trop faible ou trop élevée conduira à des valeurs incorrectes de la teneur en amidon déterminée.

5.5 Acide chlorhydrique, $c(HCl) = 7,73 \text{ mol/l}$.

5.6 Solutions de clarification, de Carrez, comme suit.

5.6.1 Solution de ferrocyanure de potassium, $c[K_4Fe(CN)_6] = 0,25 \text{ mol/l}$.

Dans une fiole jaugée de 1 l, dissoudre 106 g de ferrocyanure de potassium trihydraté $[K_4Fe(CN)_6 \cdot 3H_2O]$ dans de l'eau. Diluer jusqu'au trait avec de l'eau.

5.6.2 Acétate de zinc, solution dans de l'acide acétique à 0,5 mol/l, $c[Zn(CH_3CO_2)_2] = 1 \text{ mol/l}$.

Dans une fiole jaugée de 1 l, dissoudre 219,5 g d'acétate de zinc dihydraté $[Zn(CH_3CO_2)_2 \cdot 2H_2O]$ et 30 g d'acide acétique glacial dans de l'eau. Diluer jusqu'au trait avec de l'eau.

5.7 Solution de saccharose, $\rho(C_{12}H_{22}O_{11}) = 100,0 \text{ g/l}$.

6 Appareillage

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

6.1 Balance analytique, permettant de peser à 1 mg près.

6.2 pH-mètre, permettant des mesures à 0,1 unité de pH près.

6.3 Bain d'eau bouillante, d'une capacité suffisante pour maintenir l'eau au point d'ébullition pendant l'immersion des fioles coniques.

ATTENTION — Si le bain d'eau n'est pas constamment en ébullition, une teneur en amidon trop élevée sera déterminée.

6.4 Polarimètre, permettant des lectures à au moins 0,01° près et adapté pour des tubes de 200 mm de long.

Mesurer le pouvoir rotatoire à une longueur d'onde de 589,3 nm (raie D du sodium). En cas d'utilisation de tubes polarimétriques de longueur différente, adapter la lecture à la longueur correspondante.

Un saccharimètre peut être utilisé si la précision de son échelle de mesure est au moins égale à celle du polarimètre. Dans ce cas, convertir les lectures en degrés.

Le polarimètre peut être étalonné avec la solution de saccharose (5.7). Cette solution de saccharose conduit à un pouvoir rotatoire de 13,30° pour un mesurage à (20 ± 1) °C avec un tube polarimétrique de 200 mm.

6.5 Burette.

6.6 Réfrigérants à reflux.

6.7 Fioles jaugées, d'une contenance de 100 ml.

Si les fioles jaugées doivent être surmontées d'un réfrigérant à reflux (voir 9.3.3), l'emploi de fioles coniques à col large selon Kohlrausch est recommandé.

NOTE Les fioles coniques selon Kohlrausch sont des fioles jaugées disponibles dans le commerce utilisées pour le dosage du sucre.

7 Échantillonnage

L'échantillonnage ne fait pas partie de la méthode spécifiée dans la présente Norme internationale. Une méthode d'échantillonnage recommandée est donnée dans l'ISO 6497 [1].

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 6498.

S'il est solide, broyer l'échantillon pour laboratoire (généralement 500 g) de sorte qu'il passe complètement au travers d'un tamis de 0,5 mm d'ouverture de maille conforme à l'ISO 3310-1. Mélanger soigneusement.

9 Mode opératoire

9.1 Détermination de la consommation d'acide

9.1.1 Peser environ 2,5 g de l'échantillon pour essai préparé, à 1 mg près, et transférer quantitativement dans une fiole conique de 50 ml. Ajouter 25 ml d'eau et agiter jusqu'à ce que la suspension soit homogène.

9.1.2 Placer les électrodes du pH-mètre (6.2) dans la suspension et, à l'aide d'une burette, ajouter de l'acide chlorhydrique (5.4) jusqu'à ce que le pH de la suspension soit égal à $3,0 \pm 0,1$. Vérifier si la consommation d'acide totale de la prise d'essai a été compensée en agitant vigoureusement la suspension et en la laissant reposer pendant 2 min. Si au cours de cette période le pH a augmenté jusqu'à une valeur supérieure à 3,1,

ajouter de l'acide chlorhydrique (5.4), à l'aide de la burette, autant de fois que nécessaire jusqu'à ce qu'il n'y ait plus d'acide consommé.

9.1.3 Calculer la consommation d'acide de la prise d'essai à partir du volume d'acide chlorhydrique (5.4) ajouté.

9.2 Détermination du pouvoir rotatoire total

9.2.1 Peser environ 2,5 g de l'échantillon pour essai préparé (m_1), à 1 mg près, et transférer quantitativement dans une fiole jaugée de 100 ml (6.7) sèche. Ajouter 25 ml d'acide chlorhydrique (5.4). Agiter jusqu'à ce que la suspension soit homogène, puis ajouter 25 ml d'acide chlorhydrique (5.4).

9.2.2 Compenser la consommation d'acide de la prise d'essai (voir 9.1) en ajoutant de l'acide chlorhydrique d'une concentration appropriée pour que le volume du contenu de la fiole ne varie pas de plus de 1 ml.

EXEMPLE Si 5,0 ml d'acide chlorhydrique à 0,1 mol/l est utilisé en 9.1.2 pour la compensation d'un échantillon riche en carbonate de calcium, la consommation d'acide de la prise d'essai est de 0,5 mmol (9.1.3). Dans ce cas, ajouter 0,5 ml d'acide chlorhydrique à 1,0 mol/l en 9.2.2.

ATTENTION — Si la concentration d'acide chlorhydrique dans la suspension s'écarte de 0,31 mol/l, une teneur en amidon erronée sera déterminée. Une concentration d'acide chlorhydrique trop élevée ou trop faible conduira respectivement à des valeurs trop faibles ou trop élevées de la teneur en amidon déterminée.

9.2.3 Immerger la fiole dans le bain d'eau bouillante (6.3). Pendant les trois premières minutes, agiter vigoureusement la fiole à intervalles réguliers pour éviter les agglomérats et obtenir une distribution thermique uniforme dans la suspension. Lors de l'agitation, maintenir la fiole immergée.

Si plusieurs analyses sont réalisées, immerger les fioles pendant des intervalles de temps appropriés permettant de maintenir le bain d'eau au point d'ébullition.

Au bout de 15 min \pm 5 s, sortir la fiole conique du bain. Ajouter immédiatement 30 ml d'eau (5.1) à une température ne dépassant pas 10 °C et remuer. Refroidir à une température d'environ 20 °C dans un bain d'eau froide courante.

ATTENTION — Si la fiole reste trop longtemps dans le bain d'eau bouillante ou si la chute de température est trop lente, la teneur en amidon déterminée sera trop faible.

Ajouter 5 ml de solution de ferrocyanure de potassium (5.6.1) et agiter pendant 1 min. Ajouter 5 ml de solution d'acétate de zinc (5.6.2) et agiter à nouveau pendant 1 min. Diluer jusqu'au trait avec de l'eau, mélanger et filtrer. Jeter les premiers millilitres de filtrat.

Déterminer le pouvoir rotatoire du filtrat (α_1) avec le polarimètre ou le saccharimètre (6.4).

9.3 Détermination du pouvoir rotatoire des substances solubles dans l'éthanol

9.3.1 Peser environ 5 g de l'échantillon pour essai préparé (m_2), à 1 mg près, et transférer quantitativement dans une fiole jaugée de 100 ml (6.7) sèche. Ajouter 40 ml d'éthanol (5.2). Agiter jusqu'à ce que la suspension soit homogène, puis ajouter 40 ml d'éthanol (5.2).

9.3.2 Compenser la consommation d'acide de la prise d'essai (voir 9.1) en ajoutant de l'acide chlorhydrique d'une concentration appropriée pour que le volume du contenu de la fiole ne varie pas de plus de 1 ml. En principe, la quantité d'acide chlorhydrique à ajouter est le double de celle ajoutée en 9.2.2.

9.3.3 Agiter vigoureusement et laisser reposer pendant 1 h à température ambiante. Pendant cette période, agiter vigoureusement au moins toutes les 10 min.

Si la teneur en lactose de l'échantillon dépasse 50 g/kg (comme dans le cas du lactosérum en poudre ou du lait écrémé en poudre), dissoudre l'échantillon en chauffant la fiole surmontée d'un réfrigérant à reflux dans un bain d'eau à (50 ± 2) °C pendant 30 min.

Diluer jusqu'au trait avec de l'éthanol (5.2), mélanger et filtrer. Jeter les premiers millilitres de filtrat.

Introduire à l'aide d'une pipette 50 ml du filtrat dans une fiole jaugée de 100 ml (6.7). Ajouter 2,0 ml d'acide chlorhydrique (5.5) et remuer vigoureusement. Mettre en place un réfrigérant à reflux sur la fiole et l'immerger dans le bain d'eau bouillante (6.3).

Au bout de $15 \text{ min} \pm 5 \text{ s}$, sortir la fiole conique du bain. Ajouter immédiatement 30 ml d'eau (5.1) à une température ne dépassant pas 10 °C et remuer. Refroidir à une température d'environ 20 °C dans un bain d'eau froide courante.

Ajouter 5 ml de solution de ferrocyanure de potassium (5.6.1) et agiter pendant 1 min. Ajouter 5 ml de solution d'acétate de zinc (5.6.2) et agiter à nouveau pendant 1 min. Diluer jusqu'au trait avec de l'eau, homogénéiser et filtrer. Jeter les premiers millilitres de filtrat.

Déterminer le pouvoir rotatoire du filtrat limpide (α_2) avec le polarimètre ou le saccharimètre (6.4).

10 Calcul et expression des résultats

Calculer la teneur en amidon de l'échantillon pour essai à l'aide de l'équation:

$$w = \frac{20\,000}{\alpha_D^{20}} \times \left[\frac{2,5\alpha_1}{m_1} - \frac{5\alpha_2}{m_2} \right] \quad (\text{standards.itech.ai})$$

ISO 6493:2000

<https://standards.itech.ai/catalog/standards/sist/d3bd9742-b017-4e68-87a9-3b0836fb9612/iso-6493-2000>

où

- w est la valeur numérique de la teneur en amidon de l'échantillon pour essai, en grammes par kilogramme;
- α_1 est la valeur numérique du pouvoir rotatoire total, en degrés, mesurée en 9.2;
- α_2 est la valeur numérique du pouvoir rotatoire, en degrés, des substances solubles dans l'éthanol, mesurée en 9.3;
- m_1 est la valeur numérique de la masse, en grammes, de la prise d'essai utilisée pour la détermination du pouvoir rotatoire total (9.2);
- m_2 est la valeur numérique de la masse, en grammes, de la prise d'essai utilisée pour la détermination du pouvoir rotatoire des substances solubles dans l'éthanol (9.3);
- α_D^{20} est la valeur numérique du pouvoir rotatoire spécifique, en degrés, de l'amidon pur, mesurée à une longueur d'onde de 589,3 nm (raie D du sodium):