

NORME INTERNATIONALE

ISO
6647

Première édition
1987-04-15



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

Riz — Détermination de la teneur en amylose

Rice — Determination of amylose content

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 normalement 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.

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. Les Normes internationales sont approuvées conformément aux procédures de l'ISO qui requièrent l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 6647 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits agricoles alimentaires*.

L'attention des utilisateurs est attirée sur le fait que toutes les Normes internationales sont de temps en temps soumises à révision et que toute référence faite à une autre Norme internationale dans le présent document implique qu'il s'agit, sauf indication contraire, de la dernière édition.

Riz — Détermination de la teneur en amylose

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination de la teneur en amylose du riz usiné, non cuit.

2 Références

ISO 950, *Céréales — Échantillonnage (des grains)*.

3 Définitions

Dans le cadre de la présente Norme internationale, les définitions suivantes sont applicables.

3.1 amylose: Polysaccharide constituant de l'amidon, dont les macromolécules présentent une structure à prédominance linéaire.

3.2 amylopectine: Polysaccharide constituant de l'amidon dont les macromolécules présentent une structure ramifiée.

3.3 riz usiné: Riz obtenu après une opération d'usinage qui consiste à débarrasser le riz décortiqué de tout ou partie de son péricarpe et du germe.

4 Principe

Broyage du riz en particules fines en vue de détruire la cristallinité de l'amidon, de façon à permettre une complète dispersion et une gélatinisation, suivi d'une délipidation. Mise en suspension d'une prise d'essai dans une solution d'hydroxyde de sodium, puis addition d'une solution d'iode à une partie aliquote et mesure spectrométrique de l'absorbance, à 620 nm, du complexe coloré formé.

Détermination de la teneur en amylose en utilisant une courbe d'étalonnage préparée avec des mélanges d'amylose et d'amylopectine, tenant donc compte de l'effet de l'amylopectine sur la couleur du complexe amylose-iode de la solution d'essai.

5 Réactifs

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

5.1 Méthanol, à 85 % (V/V).

5.2 Éthanol, à 95 % (V/V).

5.3 Hydroxyde de sodium, solution à 1 mol/l.

5.4 Hydroxyde de sodium, solution à 0,09 mol/l.

5.5 Acide acétique, solution à 1 mol/l.

5.6 Iode, solution.

Peser, à 5 mg près, 2,000 g d'iode de potassium dans une fiole munie d'un bouchon. Ajouter de l'eau en vue d'obtenir une solution saturée, puis ajouter 0,200 g d'iode, pesé à 1 mg près. Quand tout l'iode est dissous, transvaser la solution quantitativement dans une fiole jaugée de 100 ml, ajuster au trait repère avec de l'eau et homogénéiser.

Préparer cette solution chaque jour et la garder à l'abri de la lumière.

5.7 Amylose de pomme de terre, exempte d'amylopectine, suspension étalon à 1 g/l.

5.7.1 Délipider l'amylose avec du méthanol (5.1) sous reflux pendant 16 h dans un appareil de type Soxhlet ou pendant 4 h dans un appareil de type Goldfisch, à raison de 5 à 6 gouttes par seconde (voir note 1).

5.7.2 Étaler l'amylose délipidée sur un plateau et laisser reposer pendant 2 jours pour permettre l'évaporation du méthanol résiduel et l'équilibre de la teneur en eau. Traiter de la même façon l'amylopectine (5.8) et les échantillons pour essai (8.1) (voir note 2).

5.7.3 Peser $100 \pm 0,5$ mg d'amylose ainsi délipidée et conditionnée dans une fiole jaugée de 100 ml. Ajouter avec précaution 1 ml d'éthanol (5.2) en rinçant l'amylose adhérent à la paroi de la fiole. Ajouter 9,0 ml de solution d'hydroxyde de sodium à 1 mol/l (5.3) et laisser reposer à température ambiante pendant 15 à 24 h sans agitation pour disperser l'amylose.

Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser vigoureusement.

1 ml de cette suspension étalon contient 1 mg d'amylose.

NOTES

1 L'amylose de pomme de terre doit être pure et vérifiée par titrage ampérométrique ou potentiométrique. Certaines préparations commerciales sont impures et donneraient des résultats trop élevés pour la teneur en amylose du riz. L'amylose pure doit fixer 19 % à 20 % de sa propre masse d'iode.

2 Du fait que les échantillons pour essai, l'amylose et l'amylopectine sont équilibrés dans le même milieu, aucune correction de teneur en eau n'est nécessaire, et les résultats sont obtenus sur matière sèche du riz usiné.

5.8 Amylopectine, suspension étalon, à 1 g/l.

Préparer l'amylopectine à partir de riz usiné gluant ayant un amidon constitué d'au moins 99 % (m/m) d'amylopectine. Mouiller le riz usiné gluant et le broyer dans un broyeur de laboratoire approprié (6.1) jusqu'à obtention d'un état finement divisé. Éliminer les protéines par extraction complète à l'aide d'un détergent (dodécylbenzène sulfonate de sodium, solution à 20 g/l, avec une solution de sulfite de sodium à 2 g/l ajoutée juste avant emploi) ou d'un alcali (hydroxyde de sodium, solution à 3 g/l), laver puis délipider sous reflux au méthanol (5.1) pendant 16 h dans un extracteur de type Soxhlet, ou pendant 4 h dans un extracteur de type Goldfish à une vitesse de 5 à 6 gouttes par seconde. Étaler l'amylopectine déprotéinée et délipidée sur un plateau et laisser reposer pendant 2 jours pour permettre l'évaporation du méthanol résiduel et l'équilibre de la teneur en eau. Traiter de la même façon l'amylose (5.7) et les échantillons pour essai (8.1) (voir note 2 en 5.7).

Procéder ensuite comme en 5.7.3.

1 ml de cette suspension étalon contient 1 mg d'amylopectine.

6 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et notamment

6.1 Broyeur, permettant d'obtenir, à partir d'un riz usiné humidifié, des particules qui, une fois sèches, passeront à travers un tamis de 250 µm d'ouverture de mailles.

6.2 Micro-broyeur, permettant d'obtenir, à partir d'un riz usiné non cuit, des particules passant à travers un tamis de 250 µm d'ouverture de mailles, par exemple broyeur de type cyclone ou broyeur à billes.

6.3 Tamis, de 250 µm d'ouverture de mailles.

6.4 Spectromètre, permettant d'effectuer les mesures à 620 nm, équipé de cuves identiques.

6.5 Appareil d'extraction, de type Soxhlet ou de type Goldfish.

6.6 Fioles jaugées, de 100 ml.

7 Échantillonnage

Voir ISO 950.

8 Mode opératoire

8.1 Préparation de l'échantillon pour essai

Broyer dans le micro-broyeur (6.2) au moins 20 grains de riz usiné de manière à obtenir une farine passant à travers le tamis (6.3) (voir note 1).

Délipider la farine avec du méthanol à 85 % (5.1) sous reflux pendant 16 h dans un appareil de type Soxhlet ou pendant 4 h dans un appareil de type Goldfish à raison de 5 à 6 gouttes par seconde (voir note 2).

Après délipidation, étaler la farine en une couche mince sur une capsule ou un verre de montre et laisser reposer pendant 2 jours pour permettre l'évaporation du méthanol résiduel et l'équilibre de la teneur en eau (voir note 2 en 5.7).

NOTES

1 Si l'on désire utiliser un échantillon pour essai plus important, supérieur à la capacité du micro-broyeur, diviser l'échantillon en portions de quantité convenable et, après avoir broyé chaque portion, bien mélanger les farines obtenues. Un tel échantillon peut être également broyé dans un broyeur plus important capable de produire une farine homogène de granulométrie requise.

2 Les lipides interfèrent avec l'iode dans la formation d'un complexe avec l'amylose, c'est pourquoi la délipidation de la farine de riz réduit efficacement cette interférence.

3 Les résultats obtenus avec une délipidation au méthanol à 85 % donnent des valeurs par défaut d'environ 0,5 % par rapport à ceux obtenus avec une délipidation au butanol, cette dernière délipidation étant, par contre, plus difficile à mettre en œuvre.

8.2 Prise d'essai

Peser $100 \pm 0,5$ mg d'échantillon pour essai dans une fiole jaugée de 100 ml.

8.3 Préparation de la solution d'essai

Ajouter soigneusement à la prise d'essai, à l'aide d'une pipette, 1 ml d'éthanol (5.2) en rinçant les particules de la prise d'essai adhérant à la paroi de la fiole. Ajouter, à la pipette, 9 ml de la solution d'hydroxyde de sodium (5.3).

Laisser reposer à température ambiante pendant 15 à 24 h sans agiter pour disperser l'amidon. On peut également chauffer la solution d'essai dans un bain d'eau porté à ébullition pendant 10 min, puis refroidir à température ambiante.

Compléter au trait repère avec de l'eau et homogénéiser vigoureusement.

8.4 Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc parallèlement à la détermination suivant le même mode opératoire, en utilisant les mêmes quantités de tous les réactifs que pour la détermination, mais en utilisant 5,0 ml d'une solution d'hydroxyde de sodium à 0,09 mol/l (5.4) à la place de la solution d'essai.

8.5 Préparation de la courbe d'étalonnage

8.5.1 Préparation de la gamme d'étalonnage

Mélanger des volumes de suspensions étalons d'amylose (5.7) et d'amylopectine (5.8) et de solution d'hydroxyde de sodium à 0,09 mol/l (5.4) conformément aux indications du tableau 1.

NOTE — Pour des analyses de routine, des farines de riz usiné délipidées de teneur en amylose prédéterminée peuvent être utilisées pour l'étalonnage à la place des suspensions d'amylose et d'amylopectine.

8.5.2 Développement de la coloration

Prélever, à la pipette, une aliquote de 5,0 ml de chaque solution d'étalonnage dans une série de cinq fioles jaugées de 100 ml contenant environ 50 ml d'eau. Ajouter 1,0 ml d'acide acétique (5.5) et mélanger. Ajouter ensuite 2,0 ml de la solution d'iode (5.6), compléter au trait repère avec de l'eau et homogénéiser. Laisser reposer 20 min.

8.5.3 Mesures spectrométriques

Mesurer l'absorbance à 620 nm par rapport à l'essai à blanc (8.4), à l'aide du spectromètre (6.3).

8.5.4 Tracé de la courbe d'étalonnage

Tracer une courbe d'étalonnage en portant l'absorbance en fonction de la teneur en amylose, exprimée en pourcentage en masse de la matière sèche du riz usiné.

8.6 Détermination

8.6.1 Développement de la coloration

Prélever, à la pipette, une aliquote de 5,0 ml de la solution d'essai (8.3) dans une fiole jaugée de 100 ml contenant environ 50 ml d'eau et procéder conformément à 8.5.2, en commençant par l'addition d'acide acétique.

8.6.2 Mesures spectrométriques

Mesurer l'absorbance à 620 nm par rapport à l'essai à blanc (8.4) à l'aide du spectromètre (6.3).

8.7 Nombre de déterminations

Effectuer deux déterminations sur des prises d'essai provenant du même échantillon pour essai.

9 Expression des résultats

La teneur en amylose, exprimée en pourcentage en masse par rapport à la matière sèche, est donnée directement par la courbe d'étalonnage (8.5.4) à partir de l'absorbance trouvée (8.6.2).

Prendre comme résultat la moyenne arithmétique des deux déterminations

10 Fidélité

Un essai interlaboratoire organisé sur le plan international par l'IRRI (International Rice Research Institute — Manila — Philippines) avec la participation de 9 laboratoires, chacun d'eux ayant effectué deux déterminations, a donné les résultats statistiques (évalués conformément à l'ISO 5725¹⁾) indiqués dans le tableau 2.

11 Procès-verbal d'essai

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

Tableau 1

Amylose correspondant dans le riz usiné, % (m/m) sur matière sèche ¹⁾	Composition du mélange (ml)		
	Amylose (5.7)	Amylopectine (5.8)	NaOH à 0,09 mol/l (5.4)
0	0	18	2
10	2	16	2
20	4	14	2
25	5	13	2
30	6	12	2

1) Ces valeurs ont été calculées sur la base d'une teneur moyenne en amidon de 90 % (m/m) par rapport à la matière sèche du riz usiné.

Tableau 2

Échantillon	IR 2071-137-5	IR 3351-38-03	C 4-63 G	IR 8	IR 5
Nombre de laboratoires retenus après élimination des aberrants	9	8	9	9	9
Moyenne	8,5	11,0	19,8	24,2	24,9
Écart-type de répétabilité (S_r)	0,24	0,36	0,43	0,38	0,38
Coefficient de variation de répétabilité	2,8 %	3,3 %	2,2 %	1,6 %	1,5 %
Répétabilité ($2,83 \times S_r$)	0,7	1,0	1,2	1,1	1,1
Écart-type de reproductibilité (S_R)	0,9	0,6	1,3	0,8	1,3
Coefficient de variation de reproductibilité	10,3 %	5,2 %	6,5 %	3,4 %	5,4 %
Reproductibilité ($2,83 \times S_R$)	2,5	1,6	3,6	2,3	3,8

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6647:1987

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5758602b-f293-4486-a387-7371b864f8e0/iso-6647-1987>