

Norme internationale



7305

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

Produits de mouture des céréales — Détermination de l'acidité grasse

Milled cereal products — Determination of fat acidity

Première édition — 1986-03-15

CDU 664.641.1 : 664.762 : 543.241.5

Réf. n° : ISO 7305-1986 (F)

Descripteurs: produit agricole, farine de blé, semoule, analyse chimique, dosage, acide sulfurique.

ISO 7305-1986 (F)

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 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 7305 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.

Produits de mouture des céréales — Détermination de l'acidité grasse

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination de l'acidité dite «grasse» dans les produits de mouture des céréales suivants: farines et semoules de blé tendre et de blé dur. Elle est également applicable aux pâtes alimentaires.

NOTE — Cette méthode paraît également applicable aux farines et semoules de maïs, mais un essai interlaboratoire complémentaire serait nécessaire pour confirmer cette extension du domaine d'application.

2 Références

ISO 712, *Céréales et produits céréaliers — Détermination de la teneur en eau (Méthode de référence pratique)*.

ISO 2170, *Céréales et légumineuses — Échantillonnage des produits de mouture*.

3 Définition

acidité grasse: Une expression conventionnelle des acides, essentiellement des acides gras libres, extraits dans les conditions décrites dans la présente Norme internationale.

Elle est exprimée en grammes d'acide sulfurique pour 100 g de matière sèche.

4 Principe

Mise en solution des acides dans l'éthanol à 95 % (V/V) à la température du laboratoire, centrifugation et titrage d'une partie aliquote du surnageant par l'hydroxyde de sodium.

5 Réactifs

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

5.1 **Éthanol**, à 95 % (V/V).

5.2 **Hydroxyde de sodium**, solution titrée à 0,05 mol/l dans l'éthanol à 95 % (V/V), exempte de carbonates.

Le titre doit être vérifié immédiatement avant chaque série de déterminations de l'acidité grasse.

Utiliser une solution préparée au moins 5 jours à l'avance et conservée dans un flacon en verre inactinique, muni d'un bouchon de caoutchouc. La solution doit être incolore ou jaune paille.

NOTE — Il est recommandé de purifier l'éthanol de la manière suivante: dissoudre 5 à 10 g d'hydroxyde de sodium dans 1 litre d'éthanol et ajouter 0,5 g de rognures d'aluminium, porter le mélange à l'ébullition sous reflux pendant 1 h puis distiller l'éthanol. Dissoudre dans le distillat la quantité requise d'hydroxyde de sodium (soit 2 g/l), laisser reposer 5 jours et utiliser la solution surnageante.

5.3 **Phénolphthaléine**, solution à 1 g pour 100 ml dans l'éthanol à 95 % (V/V).

6 Appareillage

6.1 **Tamis**, en toile métallique, de 1 mm d'ouverture de maille (pour les farines, si nécessaire), et de 160 μ m et 500 μ m d'ouverture de maille (pour les semoules et les pâtes alimentaires).

6.2 **Tubes de centrifugeuse**, en verre blanc neutre, de 45 ml, bouchés hermétiquement.

6.3 **Centrifugeuse**, permettant d'obtenir une accélération centrifuge de 2 000g (en général 5 000 à 6 000 tr/min).

6.4 **Pipettes**, de 10 ml et 20 ml, classe A.

6.5 **Fiole conique**, de 250 ml.

6.6 **Micro-burette**, graduée en 0,01 ml.

6.7 **Agitateur rotatif**, 30 à 60 tr/min.

6.8 Balance, précise à 0,01 g près.

6.9 Broyeur, permettant de broyer sans échauffement sensible (cas des semoules et des pâtes alimentaires).

6.10 Filtre orange, du type filtre à photographie en acétate de cellulose, absorbant dans le bleu.

7 Échantillonnage et conditions de stockage

Procéder conformément à l'ISO 2170.

Les échantillons ne doivent pas être conservés à la température du laboratoire plus d'une journée, l'acidité augmentant pendant le stockage. Les conserver en flacons étanches à 4 °C environ.

Si l'échantillon a été conservé à 4 °C, le laisser revenir à la température du laboratoire dans le flacon étanche avant d'effectuer un prélèvement.

8 Mode opératoire

8.1 Préparation de l'échantillon pour essai

8.1.1 Cas des farines

Dans le cas de farines répondant aux conditions de granulométrie de 8.1.2, prélever environ 50 g de farine et, si nécessaire, les tamiser à l'aide du tamis de 1 mm d'ouverture de maille (6.1) de manière à désagréger les agglomérats éventuellement présents. Bien homogénéiser avant d'effectuer la prise d'essai.

Pour les autres farines procéder selon 8.1.2.

8.1.2 Cas des semoules et des pâtes alimentaires

Broyer environ 50 g de semoule ou de pâtes alimentaires à l'aide du broyeur (6.9) de telle manière que la totalité du broyat passe au travers du tamis de 500 µm d'ouverture de maille (6.1) et qu'au moins 80 % passent au travers du tamis de 160 µm d'ouverture de maille (6.1). Bien homogénéiser avant d'effectuer la prise d'essai.

8.2 Teneur en eau de l'échantillon pour essai

Déterminer la teneur en eau de l'échantillon pour essai selon l'ISO 712.

NOTE — Cette opération n'est pas nécessaire si l'on désire exprimer le résultat par rapport au produit tel quel.

8.3 Prise d'essai

Introduire dans un tube de centrifugeuse (6.2), environ 5 g de l'échantillon pour essai (8.1) pesés à 0,01 g près.

8.4 Détermination

8.4.1 Verser dans le tube de centrifugeuse, à la pipette, 30 ml d'éthanol à 95 % (V/V) (5.1). Boucher le tube hermétiquement et l'agiter durant 1 h à l'aide de l'agitateur rotatif (6.7) en opérant à une température de 20 ± 5 °C. Enlever le bouchon et centrifuger ensuite durant 5 min avec une accélération de 2 000g.

8.4.2 Prélever à l'aide d'une pipette (6.4) 20 ml du liquide surnageant et les introduire dans une fiole conique (6.5). Ajouter 5 gouttes de phénolphaléine (5.3).

Titre à l'aide d'une micro-burette (6.6) avec la solution d'hydroxyde de sodium (5.2) jusqu'au virage au rose pâle persistant quelques secondes, en utilisant un filtre orange (6.10) pour éliminer la coloration jaune lors du virage de l'indicateur. Placer le filtre contre l'œil de l'opérateur.

8.5 Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc parallèlement à la détermination, en débutant le mode opératoire en 8.4.2 et en remplaçant les 20 ml de liquide surnageant par 20 ml d'éthanol (5.1).

8.6 Nombre de déterminations

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

9 Expression des résultats

L'acidité grasse, exprimée en grammes d'acide sulfurique pour 100 g de matière sèche, est égale à

$$\frac{7,35(V_1 - V_0)c}{m} \times \frac{100}{100 - w}$$

où :

c est la concentration exacte, exprimée en moles par litre, de la solution titrée d'hydroxyde de sodium utilisée ;

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai (8.3) ;

*V*₁ est le volume, en millilitres, de la solution d'hydroxyde de sodium utilisée pour la détermination (8.4) ;

*V*₀ est le volume, en millilitres, de la solution d'hydroxyde de sodium utilisée pour l'essai à blanc (8.5) ;

w est la teneur en eau, en pourcentage en masse, de l'échantillon pour essai (8.2).

Exprimer le résultat à 0,001 unité près.

NOTES

1 Si l'on désire exprimer l'acidité en milligrammes d'hydroxyde de potassium pour 100 g de matière sèche, appliquer la formule suivante :

$$\frac{8416(V_1 - V_0)c}{m} \times \frac{100}{100 - w}$$

2 Si l'on désire exprimer l'acidité par rapport au produit tel quel, omettre le facteur $100/(100 - w)$ dans la formule.

10 Fidélité

Deux essais interlaboratoires organisés sur le plan international avec, respectivement, la participation de 24 laboratoires (essai

n° 1) et de 21 laboratoires (essai n° 2), chacun d'eux ayant effectué deux déterminations, ont donné les résultats statistiques [évalués conformément à l'ISO 5725¹⁾] indiqués dans le tableau.

11 Procès-verbal d'essai

Le procès-verbal d'essai doit indiquer la méthode utilisée, la date de l'essai et les résultats obtenus. 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 les résultats.

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

Tableau

Résultats exprimés en grammes d'acide sulfurique pour 100 g de matière sèche

Échantillon	Semoule de blé tendre Essai n° 1	Farine de blé tendre, A Essai n° 1	Farine de blé tendre Essai n° 2	Farine de blé tendre, B Essai n° 1	Semoule de blé dur Essai n° 2
Nombre de laboratoires retenus après élimination des aberrants	19	20	21	20	21
Moyenne	0,015	0,026	0,039	0,064	0,040
Écart-type de répétabilité, s_r	0,000 7	0,001 3	0,001 0	0,001 3	0,001 5
Coefficient de variation de répétabilité	4,7 %	5,0 %	2,6 %	2,0 %	3,7 %
Répétabilité, $2,83 s_r$	0,002	0,003	0,003	0,003	0,004
Écart-type de reproductibilité, s_R	0,004 2	0,003 7	0,005 9	0,006 4	0,005 8
Coefficient de variation de reproductibilité	28 %	14 %	15 %	10 %	14 %
Reproductibilité, $2,83 s_R$	0,012	0,010	0,017	0,018	0,016

1) ISO 5725, *Fidélité des méthodes d'essai — Détermination de la répétabilité et de la reproductibilité par essais interlaboratoires.*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 7305:1986

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b68e50a0-7acb-4ae9-bd08-570f3492fa33/iso-7305-1986>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 7305:1986

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b68e50a0-7acb-4ae9-bd08-570f3492fa33/iso-7305-1986>