

NORME
INTERNATIONALE

ISO
7973

Première édition
1992-12-01

**Céréales et produits de mouture des
céréales — Détermination de la viscosité de la
farine — Méthode utilisant un amylographe**

iTeh STANDARD PREVIEW

*Cereals and milled cereal products — Determination of the viscosity of
flour — Method using an amylograph*

ISO 7973:1992

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c5bb2edd-a0a4-4934-9d62-cdaedfe2649c/iso-7973-1992>



Numéro de référence
ISO 7973:1992(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 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 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.

La Norme internationale ISO 7973 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits agricoles alimentaires*, sous-comité SC 4, *Céréales et légumineuses*.

La présente Norme internationale tient compte de la Norme n° 126 de l'Association internationale des sciences et technologies céréalières (ICC).

L'annexe A fait partie intégrante de la présente Norme internationale. Les annexes B et C sont données uniquement à titre d'information.

Céréales et produits de mouture des céréales — Détermination de la viscosité de la farine — Méthode utilisant un amylographe

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode de détermination, au moyen d'un amylographe, de la viscosité d'une suspension de farine dans l'eau dont l'amidon est gélatinisé par chauffage, en vue d'apprécier les conditions de la gélatinisation d'une farine et, par suite, de juger de son activité alpha-amylasique.

Cette méthode est applicable aux farines de blé tendre et de seigle, ainsi qu'aux grains de blé tendre et de seigle.

NOTES

1 La présente Norme internationale a été élaborée sur la base de l'amylographe du type Brabender.

2 La présente méthode s'applique strictement à un amylographe et non à un viscographe, l'amylographe présentant, par rapport au viscographe, les particularités suivantes:

- il est possible de changer la tête de mesure du couple;
- les résistances de chauffage sont situées autour du bol de l'appareil et non au fond;
- il n'y a pas de canne de refroidissement permettant d'abaisser la température du gel.

2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente

Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 712:1985, *Céréales et produits céréaliers — Détermination de la teneur en eau (Méthode de référence pratique)*.

ISO 3093:1982, *Céréales — Détermination de l'indice de chute*.

ISO 7973:1992

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c5bb2edd-a0a4-4934-9d62-cdaedfe2649c/iso-7973-1992>

3 Définition

Pour les besoins de la présente Norme internationale, la définition suivante s'applique.

3.1 viscosité à l'amylographe: Viscosité maximale atteinte par une suspension de farine et d'eau qui est gélatinisée par chauffage dans les conditions de la présente Norme internationale.

Elle est exprimée en une unité arbitraire: l'unité amylographique (UA).

4 Principe

Préparation d'une suspension de farine dans l'eau, puis enregistrement de la viscosité de cette suspension qui est chauffée de façon régulière de 30 °C à la température correspondant au moment où la viscosité commence à décroître après avoir atteint son maximum (95 °C environ).

L'augmentation de la viscosité due à la gélatinisation de l'amidon est conditionnée par l'augmentation de la température, l'action mécanique de l'agitation et l'activité de l'alpha-amylase présente ou ajoutée à la farine.

5 Réactif

5.1 Eau distillée, ou eau de pureté équivalente.

6 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et en particulier, ce qui suit:

6.1 Amylographe, possédant les caractéristiques suivantes:

Vitesse de rotation des broches (75 ± 1) tr/min

Couple exercé par unité amylographique (UA) avec une cartouche de mesure standard $(6,86 \pm 0,14) \times 10^{-5}$ N.m/UA [(0,700 ± 0,015) gf.cm/UA]

Vitesse d'élévation de la température (1,50 ± 0,03) °C/min

Vitesse linéaire de l'enregistreur (0,50 ± 0,01) cm/min

La position des broches du plongeur et des broches du bol doit être telle qu'elles pénètrent librement dans le gabarit fourni par le constructeur.

Ajuster la pression de la plume sur le papier comme suit. Enlever la plume, la remplir d'encre et la peser. À l'extrémité du bras qui supporte normalement la plume, placer une masse inférieure de 0,5 g à 1 g à celle de la plume complètement remplie. Ajuster la position du contrepoids de façon à obtenir l'équilibre; enlever la masse et remettre la plume.

6.2 Balance analytique, précise à 0,1 g près.

6.3 Burette, de 450 ml, avec système automatique de mise à zéro.

6.4 Bêcher de forme basse, de 600 ml à 1 000 ml de capacité, ou fiole conique avec bouchon.

6.5 Spatule, avec un embout en caoutchouc ou en plastique.

6.6 Broyeur¹⁾, conforme aux spécifications de l'ISO 3093, dans le cas des grains de blé tendre et de seigle, c'est-à-dire permettant éventuellement le

broyage d'un produit renfermant jusqu'à 30 % (m/m) d'eau et devant être réglé de façon à obtenir une mouture conforme aux spécifications du tableau 1.

Tableau 1 — Dimensions requises pour les particules

Ouverture de maille du tamis µm	Mouture passant à travers le tamis %
710	100
500	95 à 100
210 à 200	80 ou moins

7 Échantillonnage

Il est important que le laboratoire reçoive un échantillon réellement représentatif, non endommagé ou modifié lors du transport et de l'entreposage.

L'échantillonnage ne fait pas partie de la méthode spécifiée dans la présente Norme internationale. Des méthodes d'échantillonnage recommandées sont données dans l'ISO 950 (pour les grains) et l'ISO 2170 (pour les produits de mouture).

8 Mode opératoire

8.1 Préparation de l'échantillon pour essai

8.1.1 Cas des farines

Utiliser l'échantillon pour laboratoire tel quel; après avoir bien homogénéisé, prélever, selon les besoins, des échantillons pour essai.

8.1.2 Cas des grains

Éliminer de l'échantillon pour laboratoire les poussières et les grosses impuretés, puis prélever environ 300 g de grains.

Broyer l'échantillon au moyen de l'appareil (6.6) en opérant avec précaution, de façon à éviter l'échauffement et la surcharge.

Poursuivre le broyage durant 30 s à 40 s après la fin de l'introduction de l'échantillon dans le broyeur. On peut éliminer les sons restant sur la grille jusqu'à concurrence de 1 %.

Bien mélanger l'ensemble du produit broyé.

1) Les broyeurs Kamas Slago 200 A et Falling number type KT 120 sont des exemples de produits appropriés disponibles sur le marché. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente Norme internationale et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif des produits ainsi désignés.

8.2 Opérations préliminaires

8.2.1 Détermination de la teneur en eau de l'échantillon pour essai.

Déterminer la teneur en eau de l'échantillon pour essai (8.1), selon l'ISO 712.

8.2.2 Réglage de l'amylographe et essai à vide

Régler manuellement la température de départ du régulateur de température sur 30 °C, la manette étant en position neutre. Remplir la plume d'encre. Placer le plongeur dans le bol, puis relier le plongeur à l'axe sous la tête de l'appareil. Mettre le moteur en marche et vérifier que la plume se déplace sur la ligne de base du papier enregistreur. Si nécessaire, ajuster la position de la plume sur son bras. Arrêter le moteur, désaccoupler le plongeur, relever et faire tourner la tête de l'appareil. Retirer le plongeur.

ATTENTION — Pour le calibrage de l'amylographe, se reporter à l'annexe A. Un soin tout particulier doit être porté au réglage du thermomètre à contact dont la position influe fortement sur les résultats.

8.3 Prise d'essai

8.3.1 Cas de la farine

Peser, à 0,1 g près, l'équivalent de 80,0 g de farine ayant une teneur en eau de 14,0 % (*m/m*). Soit *m* cette masse, en grammes, donnée dans le tableau 2 en fonction de la teneur en eau.

8.3.2 Cas des grains

Modifier la masse de la prise d'essai de telle façon qu'à une teneur en eau de 14,0 % correspondent 90,0 g de produit broyé. Cette masse, *m*, en grammes, est également donnée dans le tableau 2 en fonction de la teneur en eau.

8.4 Préparation de la suspension

8.4.1 Remplir la burette (6.3) avec de l'eau distillée jusqu'au zéro.

8.4.2 Mettre la prise d'essai dans le bécher (6.4) et verser 100 ml d'eau de la burette. Mélanger à l'aide de la spatule (6.5) pendant environ 20 s pour obtenir une suspension homogène.

NOTE 3 Il peut être nécessaire d'homogénéiser plus longtemps pour la farine de seigle.

En continuant d'agiter, verser graduellement l'eau (en quatre étapes) jusqu'à ce qu'il reste environ

100 ml dans la burette et s'assurer que la suspension est exempte de grumeaux et présente une formation de mousse aussi faible que possible, puis la verser dans le bol de l'amylographe.

8.4.3 Racler avec la spatule tout résidu de la suspension qui pourrait coller sur les bords et le fond du bécher et le diluer avec la moitié de l'eau restant dans la burette. Verser l'ensemble dans le bol de l'amylographe.

Verser le reste de l'eau dans le bécher pour le rincer et récupérer une quantité de solution de rinçage dans le bol de l'amylographe, telle que la masse totale de la suspension soit de 530,0 g ± 0,5 g.

8.4.4 Les opérations spécifiées en 8.4.1 à 8.4.3 doivent être effectuées en moins de 2 min.

8.4.5 Dans le cas des grains, la masse de la prise d'essai additionnée de la masse d'eau devra être égale à 540,0 g ± 0,5 g (correspondant à 90 g de farine et 450 g d'eau).

8.5 Essai à l'amylographe

8.5.1 Mettre le plongeur dans le bol de l'amylographe. Accoupler celui-ci à l'axe et abaisser avec précautions la tête de l'appareil.

8.5.2 Mettre le moteur et le chauffage en marche ainsi que le minuteur. Dès que le chauffage est coupé (automatiquement), repérer la ligne de temps supérieure suivante sur le papier enregistreur. Au moment où cette ligne passe sous la plume, placer la manette en position haute.

Régler le minuteur qui déclenchera une sonnerie sur le temps désiré. Pour le blé tendre, le temps nécessaire à l'obtention de la courbe de viscosité est de 40 min à 45 min ou moins et, pour le seigle, de 30 min à 40 min ou moins.

8.5.3 Lorsque la courbe a atteint son maximum et qu'elle a commencé à redescendre, arrêter le moteur, couper le chauffage et lire la température sur le thermomètre. Désaccoupler le plongeur de son axe. Relever la tête de l'appareil en laissant le plongeur dans le bol. Enlever et nettoyer le bol et le plongeur sous un courant d'eau du robinet. Nettoyer le thermomètre à l'aide d'un chiffon humide tiède.

8.5.4 Si l'on atteint une viscosité supérieure à 1000 UA, placer une masse additionnelle prévue à cet effet permettant d'accroître la plage d'enregistrement de la courbe de 500 UA ou 1000 UA.

Si cela n'est pas possible, répéter le mode opératoire à partir de 8.3 en utilisant une prise d'essai plus petite (par exemple, 70 g).

Tableau 2 — Masse de la prise d'essai équivalente, en grammes, à 80 g et 90 g, à une teneur en eau de 14 % (m/m)

Teneur en eau % (m/m)	Masse de la prise d'essai équivalente à		Teneur en eau % (m/m)	Masse de la prise d'essai équivalente à	
	80 g	90 g		80 g	90 g
9,0	75,6	85,1	13,6	79,6	89,6
9,1	75,7	85,1	13,7	79,7	89,7
9,2	75,8	85,2	13,8	79,8	89,8
9,3	75,9	85,3	13,9	79,9	89,9
9,4	75,9	85,4	14,0	80,0	90,0
9,5	76,0	85,5	14,1	80,1	90,1
9,6	76,1	85,6	14,2	80,2	90,2
9,7	76,2	85,7	14,3	80,3	90,3
9,8	76,3	85,8	14,4	80,4	90,4
9,9	76,4	85,9	14,5	80,5	90,5
10,0	76,4	86,0	14,6	80,6	90,6
10,1	76,5	86,1	14,7	80,7	90,7
10,2	76,6	86,2	14,8	80,8	90,8
10,3	76,7	86,3	14,9	80,8	91,0
10,4	76,8	86,4	15,0	80,9	91,1
10,5	76,9	86,5	15,1	81,0	91,2
10,6	77,0	86,6	15,2	81,1	91,3
10,7	77,0	86,7	15,3	81,2	91,4
10,8	77,1	86,8	15,4	81,3	91,5
10,9	77,2	86,9	15,5	81,4	91,6
11,0	77,3	87,0	15,6	81,5	91,7
11,1	77,4	87,1	15,7	81,6	91,8
11,2	77,5	87,2	15,8	81,7	91,9
11,3	77,6	87,3	15,9	81,8	92,0
11,4	77,7	87,4	16,0	81,9	92,1
11,5	77,7	87,5	16,1	82,0	92,3
11,6	77,8	87,6	16,2	82,1	92,4
11,7	77,9	87,7	16,3	82,2	92,5
11,8	78,0	87,8	16,4	82,3	92,6
11,9	78,1	87,9	16,5	82,4	92,7
12,0	78,2	88,0	16,6	82,5	92,8
12,1	78,3	88,1	16,7	82,6	92,9
12,2	78,4	88,2	16,8	82,7	93,0
12,3	78,4	88,3	16,9	82,8	93,1
12,4	78,5	88,4	17,0	82,9	93,3
12,5	78,6	88,5	17,1	83,0	93,4
12,6	78,7	88,6	17,2	83,1	93,5
12,7	78,8	88,7	17,3	83,3	93,6
12,8	78,9	88,8	17,4	83,3	93,7
12,9	79,0	88,9	17,5	83,4	93,8

Teneur en eau % (m/m)	Masse de la prise d'essai équivalente à		Teneur en eau % (m/m)	Masse de la prise d'essai équivalente à	
	80 g	90 g		80 g	90 g
13,0	79,1	89,0	17,6	83,5	93,9
13,1	79,2	89,1	17,7	83,6	94,0
13,2	79,3	89,2	17,8	83,7	94,2
13,3	79,4	89,3	17,9	83,8	94,3
13,4	79,4	89,4	18,0	83,9	94,4
13,5	79,5	89,5			

NOTE — Les valeurs de ce tableau ont été calculées à l'aide de la formule suivante:

$$m = m' \times 86 / (100 - H)$$

où

- m* est la masse de la prise d'essai, en grammes;
- H* est la teneur en eau de l'échantillon, en pourcentage en masse;
- m'* est la masse d'une prise d'essai à une teneur en eau de 14 %, en grammes, (*m'* = 80 g ou *m'* = 90 g).

INTERNATIONAL STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

9 Calcul

9.1 Détermination de la viscosité maximale de l'amylographe

La viscosité maximale à l'amylographe, exprimée en unités amylographiques (UA), est donnée par l'ordonnée de la courbe à son maximum (voir figure 1).

Exprimer cette viscosité à 5 UA près.

9.2 Détermination de la température au maximum de viscosité

La température θ , au maximum de viscosité, exprimée en degrés, est donnée par la formule

$$\theta = 30,0 + (t_f - 30,0) \times a/b$$

où

- t_f est la température, en degrés Celsius, lue au thermomètre à la fin de l'essai (environ 95 °C);
- a* est la longueur, en centimètres, de l'enregistrement depuis le repère du début de l'essai jusqu'au maximum de viscosité;
- b* est la longueur, en centimètres, de l'enregistrement depuis le repère du début de l'essai jusqu'à la fin de l'essai.

Exprimer la température θ , à 0,5 °C près.

Si l'appareil est correctement réglé,

$$(t_i - 30,0)/b = (3,0 \pm 0,1) \text{ °C/cm}$$

et par suite $\theta = 30,0 + 3a$

NOTE 4 Il peut être également intéressant de noter la température de début de gélatinisation (changement net de la pente de la courbe enregistrée), et d'utiliser alors une formule similaire à la précédente.

10 Fidélité

NOTE 5 Les résultats des essais interlaboratoires sont donnés dans l'annexe B.

10.1 Répétabilité

La différence absolue entre deux résultats d'essai individuels indépendants dans la gamme de 197 UA à 693 UA, obtenus à l'aide de la même méthode sur un matériau identique soumis à l'essai dans le même laboratoire, par le même opérateur utilisant le même appareillage et dans un court intervalle de temps, ne doit pas être supérieure à 27 UA.

10.2 Reproductibilité

La différence absolue entre deux résultats d'essai individuels dans la gamme de 197 UA à 693 UA, ob-

tenus à l'aide de la même méthode sur un matériau identique soumis à l'essai dans des laboratoires différents par des opérateurs différents utilisant des appareillages différents, ne doit pas être supérieure à 231 UA.

11 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit indiquer:

- la méthode selon laquelle l'échantillonnage a été effectué (si elle est connue),
- la méthode utilisée,
- la masse de la prise d'essai si elle est différente de celle stipulée en 8.3,
- le (les) résultat(s) d'essai obtenu(s), et
- si la répétabilité a été vérifiée, le résultat final cité qui a été 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 les résultats.

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

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c5bb2edd-a0a4-4934-9d62-cdaedfe2649c/iso-7973-1992>

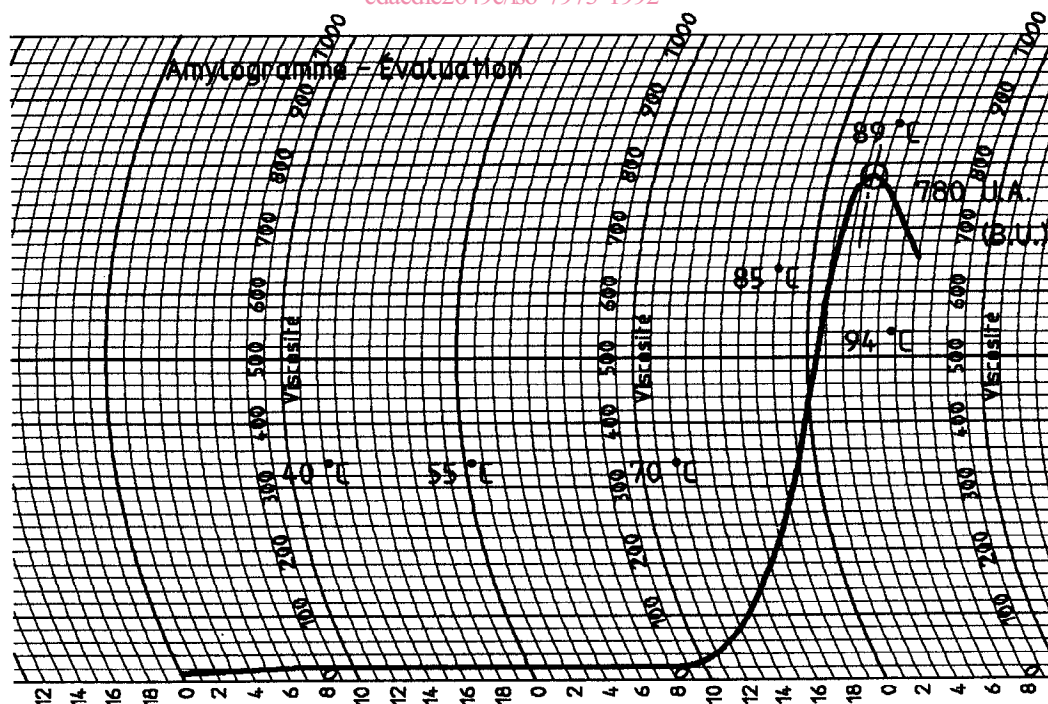


Figure 1 — Amylogramme représentatif

Annexe A (normative)

Calibrage de l'amylographe

Chaque appareil doit être comparé avec un autre en utilisant une gamme de farines. Il est possible de faire calibrer l'amylographe par le constructeur sur son propre étalon. Avec des appareils anciens ou trop usés, cela peut être toutefois impossible. Si l'on veut maintenir un bon accord entre les appareils, de fréquents contrôles sont nécessaires.

La courbe mesurée avec une farine étalon doit être telle que la viscosité maximale à 500 UA ne diffère pas de ± 20 UA et au-dessus de 500 UA de ± 30 UA par rapport à la courbe étalon de la farine étalon et que le temps de départ de la montée de la courbe ne diffère pas de $\pm 0,5$ min par rapport à cette même courbe étalon.

Si ces tolérances ne sont pas tenues, les réglages suivants sont possibles, selon les divers cas de figure.

a) La courbe est trop haute

Dans ce cas, soulever le plongeur afin d'en réduire la plongée. A cette fin, ôter le plongeur et dévisser la vis à pointe de l'accouplement. Tenir ensuite de la main gauche le bouton supérieur de l'arbre de mesure de telle manière que la plume soit sur environ 500 UA. Pousser ensuite de la main droite et de 2 mm environ vers le haut, l'accouplement du plongeur en le faisant tourner légèrement. Resserrer la vis à pointe de l'accouplement et replacer le plongeur.

Effectuer un nouvel essai pour vérifier le résultat obtenu.

b) La courbe est trop basse

Dans ce cas, descendre le plongeur afin d'en augmenter la plongée. A cette fin, ôter le plongeur et dévisser la vis à pointe de l'accouplement. Tenir ensuite de la main gauche le bouton supérieur de l'arbre de mesure de telle manière que la plume soit sur environ 500 UA. Pousser ensuite de la main droite et de 1 mm à

2 mm environ vers le bas, l'accouplement du plongeur en le faisant tourner légèrement. Resserrer la vis à pointe de l'accouplement et replacer le plongeur.

Vérifier si les tiges ne touchent pas le fond du bol de mesure en abaissant la tête de mesure et le plongeur, puis en mettant l'appareil en marche pendant un laps de temps très court. Une friction éventuelle entre les tiges du plongeur et le fond du bol de mesure se repère au bruit.

Effectuer un nouvel essai pour vérifier le résultat obtenu.

c) Le temps de départ de la montée de la courbe est trop court

Dans ce cas, déplacer le thermomètre à contact vers le devant de l'appareil. A cette fin, dévisser simultanément à l'aide des deux mains les vis moletées se trouvant à droite et à gauche du thermomètre à contact sous la tête de mesure de l'appareil, ce qui permet de déplacer le thermomètre à contact de 1 mm à 2 mm vers l'avant de l'appareil. Resserrer les vis.

Effectuer un nouvel essai pour vérifier le résultat obtenu.

d) Le temps de départ de la montée de la courbe est trop long

Dans ce cas, déplacer le thermomètre à contact vers l'arrière de l'appareil, c'est-à-dire vers le milieu du bol de mesure. A cette fin, dévisser simultanément à l'aide des deux mains les vis moletées se trouvant à droite et à gauche du thermomètre à contact sous la tête de mesure de l'appareil, ce qui permet de déplacer le thermomètre à contact de 1 mm à 2 mm vers l'arrière de l'appareil. Resserrer les vis.

Effectuer un nouvel essai pour vérifier le résultat obtenu.

Annexe B
(informative)

Résultats des essais interlaboratoires

Un essai interlaboratoire organisé par BIPEA, avec la participation de huit laboratoires, chacun d'eux ayant effectué deux déterminations sur chaque échantillon, a donné les résultats statistiques déterminés selon l'ISO 5725 indiqués dans le tableau B.1.

Tableau B.1

Échantillon	Blé 1	Blé 2
Nombre de laboratoires retenus après élimination des aberrants	8	8
Moyenne (UA)	197	693
Écart-type de répétabilité, s_r (UA)	3,46	9,41
Coefficient de variation de répétabilité (%)	1,8	1,4
Répétabilité, $2,83 s_r$ (UA)	10	27
Écart-type de reproductibilité, s_R (UA)	32,11	81,68
Coefficient de variation de reproductibilité (%)	16	12
Reproductibilité, $2,83 s_R$ (UA)	91	231