

NORME INTERNATIONALE

ISO
9648

Première édition
1988-12-15



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

Sorgho — Dosage des tanins

Sorghum — Determination of tannin content

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 9648:1988

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/77128d45-5616-49aa-af93-5636330d83d7/iso-9648-1988>

Numéro de référence
ISO 9648:1988 (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 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 9648 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits agricoles alimentaires*.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/77128d45-5616-49aa-af93-5636330d83d7/iso-9648-1988>

Sorgho — Dosage des tanins

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode globale de dosage des tanins dans les graines de sorgho.

Elle n'est pas spécifique d'un seul type de polyphénols. Son intérêt se justifie cependant par la bonne corrélation négative qui a été observée entre l'énergie métabolisable des graines de sorgho, mesurée par expérimentation animale sur des coqs, et les résultats obtenus par cette méthode.

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 cette 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 950 : 1979, *Céréales — Échantillonnage (des grains)*.

3 Principe

Extraction des tanins par le diméthylformamide avec agitation. Après centrifugation, addition de citrate d'ammonium et de fer(III) et d'ammoniaque à une partie aliquote du liquide surnageant et mesure spectrométrique de l'absorbance de la solution ainsi obtenue, à 525 nm. Détermination de la teneur en tanins en utilisant une courbe d'étalonnage préparée à partir d'acide tannique.

4 Réactifs

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

4.1 Acide tannique, solution à 2 g/l.

L'origine de l'acide tannique ayant une influence certaine sur la courbe d'étalonnage, il est, en conséquence, recommandé d'utiliser l'acide tannique Merck référence 773¹⁾, pour permettre une comparaison des résultats entre laboratoires.

Cette solution se conserve une semaine.

4.2 Ammoniaque, solution à 8,0 g/l de NH₃.

4.3 Diméthylformamide, solution à 75 % (V/V).

Dans une fiole jaugée de 100 ml, introduire 75 ml de diméthylformamide. Diluer avec de l'eau, laisser refroidir et compléter au trait repère.

AVERTISSEMENT — La diméthylformamide est une substance nocive par inhalation et contact avec la peau, et irritante pour les yeux.

4.4 Citrate d'ammonium et de fer(III), ayant une teneur en fer comprise entre 17 % (m/m) et 20 % (m/m), solution à 3,5 g/l, préparée 24 h avant emploi.

La teneur en fer du citrate ayant une influence sur les résultats, celle-ci doit être respectée impérativement.

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et notamment

5.1 Broyeur mécanique, permettant d'obtenir des particules passant intégralement au travers du tamis (5.2).

5.2 Tamis, de 0,5 mm d'ouverture de maille.

5.3 Centrifugeuse, permettant d'obtenir une accélération centrifuge de 3 000g (3 000 × 9,81 m/s²).

5.4 Tubes à centrifuger, d'environ 50 ml de capacité, munis de bouchons fermant hermétiquement.

1) L'acide tannique Merck référence 773 est un exemple d'un produit approprié disponible 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 de ce produit.

5.5 Agitateur mécanique, à mouvement de va-et-vient, ou agitateur magnétique.

5.6 Agitateur mécanique pour tubes à essais (type Vortex).

5.7 Spectromètre, équipé de cuves de 10 mm d'épaisseur, permettant d'effectuer les mesures à 525 nm.

5.8 Pipettes, de 1 ml, 5 ml et 20 ml de capacité.

5.9 Pipettes graduées, de 5 ml et 10 ml de capacité.

5.10 Tubes à essais, 140 mm × 14 mm.

5.11 Fioles jaugées, de 20 ml de capacité.

6 Échantillonnage

L'échantillonnage doit être effectué conformément à l'ISO 950.

Les graines de sorgho destinées au dosage des tanins peuvent être conservées quelques mois, à l'abri de la lumière et, de préférence, après séchage.

7 Préparation de l'échantillon pour essai

Éliminer de l'échantillon pour laboratoire les matières étrangères au sorgho, puis broyer l'échantillon dans le broyeur mécanique (5.1) afin de le réduire en particules passant intégralement au travers du tamis (5.2). Bien homogénéiser.

Les tanins des produits broyés s'oxydent rapidement; il est donc recommandé de procéder immédiatement à l'analyse après broyage.

NOTE — Le produit broyé peut être conservé au plus quelques jours, à l'abri de la lumière et, de préférence, après séchage.

8 Mode opératoire

8.1 Teneur en eau de l'échantillon pour essai

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

8.2 Prise d'essai

Introduire dans un tube à centrifuger (5.4) environ 1 g d'échantillon pour essai (article 7) pesé à 1 mg près.

8.3 Détermination

8.3.1 Verser dans le tube à centrifuger, à la pipette (5.8), 20 ml de la solution de diméthylformamide (4.3). Boucher le tube hermétiquement et l'agiter durant 60 min ± 1 min à l'aide de l'agitateur (5.5). Centrifuger ensuite durant 10 min avec une accélération de 3 000g.

8.3.2 Prélever, à l'aide d'une pipette (5.8), 1 ml du liquide sur-nageant (8.3.1) et l'introduire dans un tube à essais (5.10). Ajouter successivement à la pipette: 6 ml d'eau et 1 ml de la solution d'ammoniaque (4.2), puis agiter pendant quelques secondes à l'aide de l'agitateur (5.6).

8.3.3 Prélever, à l'aide d'une pipette (5.8), 1 ml du liquide sur-nageant (8.3.1) et l'introduire dans un tube à essais (5.10). Ajouter successivement à la pipette: 5 ml d'eau, 1 ml de la solution de citrate d'ammonium et de fer(III) (4.4), agiter pendant quelques secondes à l'aide de l'agitateur (5.6), puis ajouter à la pipette 1 ml de la solution d'ammoniaque (4.2) et agiter à nouveau pendant quelques secondes à l'aide de l'agitateur (5.6).

8.3.4 Transvaser les solutions obtenues en 8.3.2 et 8.3.3 dans des cuves de mesure et mesurer les absorbances au spectromètre (5.7), à 525 nm par rapport à l'eau, 10 min ± 1 min après la fin des opérations de 8.3.2 et 8.3.3.

Prendre comme résultat la différence des deux absorbances.

8.4 Nombre de déterminations

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

8.5 Établissement de la courbe d'étalonnage

Établir la courbe d'étalonnage journalièrement comme indiqué de a) à c).

a) Préparer six fioles jaugées de 20 ml (5.11) et introduire à l'aide d'une pipette graduée (5.9) respectivement 0 ml, 1 ml, 2 ml, 3 ml, 4 ml et 5 ml de la solution d'acide tannique (4.1). Compléter au trait repère avec la solution de diméthylformamide (4.3). La gamme d'étalonnage ainsi obtenue correspond à des teneurs en acide tannique de 0 mg/ml, 0,1 mg/ml, 0,2 mg/ml, 0,3 mg/ml, 0,4 mg/ml et 0,5 mg/ml.

b) Introduire à la pipette, dans des tubes à essais (5.10), 1 ml de chacune de ces solutions et y ajouter, à la pipette (5.8), successivement 5 ml d'eau et 1 ml de solution de citrate d'ammonium et de fer(III) (4.4), agiter pendant quelques secondes à l'aide de l'agitateur (5.6), puis ajouter 1 ml de solution d'ammoniaque (4.2) et agiter à nouveau pendant quelques secondes avec l'agitateur (5.6).

Transvaser les solutions ainsi obtenues dans des cuves de mesure et mesurer après 10 min ± 1 min les absorbances au spectromètre, à 525 nm, par rapport à l'eau.

c) Tracer la courbe d'étalonnage en portant, en ordonnées, les valeurs de l'absorbance et, en abscisses, les concentrations correspondantes d'acide tannique de la gamme d'étalonnage [a)], en milligrammes par millilitre.

Cette droite ne passe pas par l'origine et aucune correction du zéro ne doit être effectuée.

9 Expression des résultats

La teneur en tanins, exprimée en pourcentage en masse d'acide tannique par rapport à la matière sèche, est égale à

$$\frac{2c}{m} \times \frac{100}{100 - H}$$

où

c est la concentration en acide tannique, en milligrammes par millilitre, de la solution d'essai, lue sur la courbe d'éta-lonnage [8.5 c)];

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai (8.2);

H est la teneur en eau de l'échantillon pour essai, en pour-centage en masse (8.1).

Prendre comme résultat la moyenne arithmétique des deux déterminations, si les conditions de répétabilité déduites du tableau 1 (article 10) par interpolation linéaire sont remplies.

10 Fidélité

Un essai interlaboratoire organisé en France avec la participa-tion de neuf laboratoires, dont les résultats de huit laboratoires ont été retenus pour l'analyse statistique, chaque laboratoire ayant effectué trois déterminations sur chaque échantillon, a donné les résultats statistiques (évalués conformément à l'ISO 5725¹⁾) indiqués au tableau 1.

11 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit indiquer la méthode utilisée en précisant la marque et la référence de l'acide tannique retenu 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 rapport d'essai doit donner tous les renseignements néces-saires à l'identification complète de l'échantillon.

Tableau 1
iTeH STANDARD PREVIEW

Résultats exprimés en pourcentage en masse d'acide tannique par rapport à la matière sèche

Échantillon	Variété Argence	Variété NK 121	Variété Sultan
Moyenne	0,05	0,62	1,11
Écart-type de répétabilité, s_r	0,01	0,02	0,02
Coefficient de variation de répétabilité	21 %	3,3 %	1,9 %
Répétabilité, $2,8 s_r$	0,03	0,06	0,06
Écart-type de reproductibilité, s_R	0,02	0,03	0,07
Coefficient de variation de reproductibilité	44 %	4,8 %	6,1 %
Reproductibilité, $2,8 s_R$	0,16	0,08	0,19

1) ISO 5725:1986, *Fidélité des méthodes d'essai — Détermination de la répétabilité et de la reproductibilité d'une méthode d'essai normalisée par essais interlaboratoires.*

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 9648:1988

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/77128d45-5616-49aa-af93-5636330d83d7/iso-9648-1988>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 9648:1988

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/77128d45-5616-49aa-af93-5636330d83d7/iso-9648-1988>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 9648:1988

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/77128d45-5616-49aa-af93-5636330d83d7/iso-9648-1988>

CDU 633.174 : 543.8 : 547.98

Descripteurs : produit agricole, céréale en grain, sorgho, analyse chimique, dosage, tanin.

Prix basé sur 3 pages
