
**Amidons et féculés natifs — Dosage
de l'amidon — Méthode polarimétrique
de Ewers**

*Native starch — Determination of starch content — Ewers polarimetric
method*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 10520:1997

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2a73a79e-8119-47ad-b9d8-c89aae16e1b5/iso-10520-1997>



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 10520 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 93, *Amidon (amidons, fécules), dérivés et sous-produits*.

Les annexes A et B de la présente Norme internationale sont données uniquement à titre d'information.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 10520:1997

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2a73a79e-8119-47ad-b9d8-c89aae16e1b5/iso-10520-1997>

© ISO 1997

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'éditeur.

Organisation internationale de normalisation
Case postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse
Internet central@iso.ch
X.400 c=ch; a=400net; p=iso; o=isocs; s=central

Imprimé en Suisse

Amidons et féculés natifs – Dosage de l'amidon – Méthode polarimétrique de Ewers

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode polarimétrique pour le dosage de l'amidon dans les amidons et féculés natifs, à l'exception de l'amidon à haute teneur en amylose.

Elle n'est pas applicable aux amidons modifiés ou pré-gélatinés (solubles dans l'eau).

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 10520:1997

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2a73a79e-8119-47ad-b9d8->

ISO 1666:1996, *Amidon et féculé — Détermination de l'humidité — Méthode par séchage à l'étuve.*

ISO 3696:1987, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai.*

3 Principe

La méthode comprend deux étapes de détermination:

3.1 Hydrolyse d'une portion de l'échantillon à l'aide d'acide chlorhydrique dilué, puis clarification et filtration, puis mesurage de la rotation optique par polarimétrie.

3.2 Reprise d'une deuxième portion de l'échantillon avec de l'éthanol à 40 % (V/V) pour en extraire les sucres et les polysaccharides de faible masse moléculaire. Le filtrat est alors soumis au mode opératoire de 3.1.

La différence entre les deux mesurages obtenus en 3.1 et 3.2 est multipliée par un facteur et donne ainsi la teneur en amidon de l'échantillon.

NOTE — Les paramètres clés de cette méthode sont la durée et la température de l'hydrolyse, ainsi que le bon usage et l'étalonnage correct du polarimètre. La méthode a donc été conçue de sorte à permettre une agitation constante du bain d'eau dont il convient de choisir le volume de manière à assurer une montée rapide en température et une stabilisation des conditions de température.

4 Réactifs

Sauf indication différente, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau de qualité 2, conformément à l'ISO 3696.

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

Diluer 63,7 ml d'acide chlorhydrique ($\rho_{20} = 1,19 \text{ g/ml}$) avec de l'eau jusqu'à 100 ml.

4.2 Acide chlorhydrique dilué, $c(\text{HCl}) = 0,309 \text{ mol/l}$.

Diluer 25,6 ml d'acide chlorhydrique ($\rho_{20} = 1,19 \text{ g/ml}$) avec de l'eau jusqu'à 1 000 ml.

NOTE — Vérifier la concentration à l'aide d'une solution d'hydroxyde de sodium [$c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$] et du rouge de méthyle comme indicateur: il convient que 10 ml de HCl réagissent avec 30,94 ml de NaOH à 0,1 mol/l.

4.3 Éthanol dilué, à 40 % (V/V) ($\rho_{20} = 0,948 \text{ g/ml}$).**4.4 Solution de Carrez I**

Mettre en solution dans de l'eau 10,6 g d'hexacyanoferrate(II) de potassium trihydraté [$\text{K}_4[(\text{Fe}(\text{CN})_6)]_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$]. Compléter à 100 ml avec de l'eau.

4.5 Solution de Carrez II

Mettre en solution dans de l'eau 21,9 g d'acétate de zinc dihydraté [$\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$] et 3 g d'acide acétique cristallisable. Compléter à 100 ml avec de l'eau.

5 Appareillage

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

5.1 Fioles jaugées, de 100 ml.**5.2 Bain-marie bouillant agité** ou **bain-marie bouillant équipé d'un agitateur magnétique**.**5.3 Polarimètre**, réglé à une longueur d'onde de 589,3 nm, équipé de tubes de 200 mm.**5.4 Balance analytique**, capable de peser à 0,001 g près.**6 Préparation de l'échantillon pour essai**

Si la taille de l'échantillon pour laboratoire dépasse 0,5 mm, broyer l'échantillon afin qu'il passe au travers d'un tamis de 0,5 mm d'ouverture de maille. Homogénéiser l'échantillon pour essai ainsi préparé.

7 Mode opératoire

Effectuer les pesées à 0,001 g près (voir 5.4).

7.1 Détermination de la rotation optique d'une prise d'essai totale

7.1.1 Peser $2,5 \text{ g} \pm 0,05 \text{ g}$ d'échantillon pour essai (m_1) et transférer dans une fiole jaugée (5.1). Ajouter 25 ml d'acide chlorhydrique dilué (4.2) et agiter pour répartir l'échantillon pour essai de façon uniforme. Ajouter encore 25 ml d'acide chlorhydrique dilué (4.2).

7.1.2 Plonger la fiole dans le bain-marie bouillant (5.2) et agiter en continu ou plonger la fiole dans le bain-marie bouillant équipé d'un agitateur magnétique et remuer à faible vitesse.

7.1.3 Laisser la fiole $15 \text{ min} \pm 5 \text{ s}$ dans le bain-marie et arrêter d'agiter ou de remuer juste avant de la retirer du bain-marie. Ajouter immédiatement 30 ml d'eau froide et refroidir rapidement sous l'eau courante à $20 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$.

7.1.4 Ajouter 5 ml de solution de Carrez I (4.4) et agiter pendant 1 min.

7.1.5 Ajouter 5 ml de solution de Carrez II (4.5) et agiter pendant 1 min.

7.1.6 Compléter au volume avec de l'eau, homogénéiser et filtrer sur un entonnoir garni d'un papier filtre approprié. Si le filtrat n'est pas parfaitement clair, répéter les étapes depuis 7.1.1 avec 10 ml de chacune des deux solutions de Carrez.

7.1.7 Mesurer la rotation optique (α_1) de la solution dans un tube de 200 mm à l'aide du polarimètre (5.3).

7.2 Détermination de la rotation optique des substances solubles dans l'éthanol à 40 % (V/V)

7.2.1 Peser $5 \text{ g} \pm 0,1 \text{ g}$ d'échantillon pour essai (m_2) et transférer dans une fiole jaugée de 100 ml (5.1). Ajouter à la fiole environ 80 ml d'éthanol dilué (4.3). Laisser la fiole reposer pendant 1 h à température ambiante; agiter vigoureusement six fois durant l'heure pour assurer le bon mélange de l'échantillon pour essai avec l'éthanol. Compléter au volume avec de l'éthanol (4.3), homogénéiser et filtrer.

7.2.2 Prélever avec une pipette 50 ml de filtrat (l'équivalent de 2,5 g de prise d'essai) et transférer dans une fiole jaugée (5.1), ajouter 2,1 ml d'acide chlorhydrique dilué (4.1) et agiter vigoureusement.

Adapter un condenseur à reflux sur la fiole et plonger celle-ci dans un bain-marie bouillant.

Retirer la fiole du bain-marie après $15 \text{ min} \pm 5 \text{ s}$.

Refroidir à $20 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$.

7.2.3 Clarifier la solution en utilisant les solutions de Carrez I et II comme en 7.1.4, 7.1.5 et continuer comme en 7.1.6.

7.2.4 Mesurer la rotation optique (α_2) de la solution comme en 7.1.7.

7.3 Détermination de la teneur en extrait sec

Déterminer l'humidité, w_0 , de l'échantillon pour essai selon la méthode prescrite dans l'ISO 1666. Puis calculer la teneur en extrait sec, w_1 , de l'échantillon pour essai par la formule:

$$w_1 = 100 - w_0$$

8 Expression des résultats

Calculer la teneur en amidon, w , de l'échantillon pour essai, rapportée à la teneur en extrait sec, en pourcentage en masse, à l'aide de l'équation:

$$w = \frac{2000}{\alpha_D^{20}} \times \left[\frac{2,5\alpha_1}{m_1} - \frac{5\alpha_2}{m_2} \right] \times \frac{100}{w_1}$$

où

α_1 est la valeur numérique de la rotation optique totale, mesurée en 7.1, en degrés;

α_2 est la valeur numérique de la rotation optique des substances solubles dans l'éthanol, mesurée en 7.2, en degrés;

m_1 est la valeur numérique de la masse de la prise d'essai en 7.1.1, en grammes;

m_2 est la valeur numérique de la masse de la prise d'essai en 7.2.1, en grammes;

- w_1 est la valeur numérique de la teneur en extrait sec de l'échantillon pour essai, déterminée en 7.3, en pourcentage en masse;
- α_D^{20} est la valeur numérique de la rotation optique spécifique de l'amidon pur, mesurée à une longueur d'onde de 589,3 nm, en degrés. (Voir le tableau 1.)

Tableau 1

| Type d'amidon ou de fécule | Valeur numérique de α_D^{20} (degrés) |
|--------------------------------------|--|
| Amidon de riz | + 185,9 |
| Fécule de pomme de terre | + 185,7 |
| Amidon de maïs | + 184,6 |
| Amidon de froment | + 182,7 |
| Amidon d'orge | + 181,5 |
| Amidon d'avoine | + 181,3 |
| Autres amidons et mélanges d'amidons | + 184,0 |

Arrondir le résultat à une décimale près.

9 Fidélité

ISO 10520:1997

La fidélité de la méthode a été établie par un essai interlaboratoire organisé en 1990 par l'ISO/TC 93/WG 1, *Dosage de l'amidon*, et réalisé selon l'ISO 5725 [1]. 12 laboratoires ont participé à cet essai. Les échantillons étudiés comprenaient de l'amidon de maïs, de la fécule de pomme de terre et de l'amidon de froment. Les résultats statistiques sont résumés dans l'annexe A.

9.1 Répétabilité

La différence absolue entre deux résultats d'essai individuels indépendants, 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 la limite r de répétabilité donnée dans le tableau 2, selon le type d'amidon ou de fécule considéré(e).

Tableau 2

| Type d'amidon ou de fécule | Limite de répétabilité, r % (m/m) | Limite de reproductibilité, R % (m/m) |
|----------------------------|--|--|
| Maïs | 2,2 | 4,8 |
| Pomme de terre | 1,0 | 7,7 |
| Froment | 2,0 | 3,5 |
| Maïs cireux | 1,4 | 8,2 |

9.2 Reproductibilité

La différence absolue entre deux résultats d'essai individuels, obtenus 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 la limite R de reproductibilité donnée dans le tableau 2, selon le type d'amidon ou de féculé considéré(e).

10 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit indiquer:

- la méthode utilisée,
- le ou 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 tous les incidents éventuels susceptibles d'avoir agi sur le ou les résultat(s) d'essai.

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

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 10520:1997

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2a73a79e-8119-47ad-b9d8-c89aae16e1b5/iso-10520-1997>

Annexe A (informative)

Méthode de Ewers - Essai interlaboratoire de 1990

Les valeurs calculées de l'écart-type relatif de reproductibilité (RSD_R) ou coefficient de variation de reproductibilité par rapport au niveau de concentration sont comparables à celles du tableau cité par Pocklington [4]. Une équation a été déterminée empiriquement par Horwitz après examen de plus de 3 000 études communes (de performances de la méthode).

$$RSD_R = 2 (1 - 0,5 \log c)$$

où c est la concentration exprimée sous forme de fraction décimale.

D'après cette équation, quand $c = 1$, $RSD_R = 2 \%$.

Il est reconnu que lorsque les valeurs de RSD_R sont, à cette concentration, comprises entre 1 et 4, la fidélité est acceptable pour la performance interlaboratoire de la méthode.

L'écart-type relatif intralaboratoire (de répétabilité) RSD_r est fréquemment égal à 1/2 à 2/3 de RSD_R .

Dans le tableau A.1, les valeurs de RSD_R se situent entre 1,25 % et 3,24 %

[ISO 10520:1997](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2a73a79e-8119-47ad-b9d8-c89aae16e1b5/iso-10520-1997)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2a73a79e-8119-47ad-b9d8-c89aae16e1b5/iso-10520-1997>

Tableau A.1

| Paramètre | Type d'amidon | | | | | | |
|---|---------------|----------------|---------|-------------|-------------------------------|------------------------|--------------------------|
| | Maïs | Pomme de terre | Froment | Maïs cireux | Maïs 95/agent de filtration 5 | Froment 90/dextrose 10 | Pomme de terre 85/sel 15 |
| Nombre de laboratoires retenus après élimination des laboratoires aberrants | 12 | 11 | 12 | 11 | 11 | 12 | 12 |
| Nombre de laboratoires aberrants | — | 1 | — | 1 | 1 | — | — |
| Nombre de résultats acceptés | 24 | 22 | 24 | 22 | 22 | 24 | 24 |
| Valeur moyenne [% (m/m)] | 98,2 | 100,0 | 99,0 | 100,0 | 92,7 | 88,9 | 82,2 |
| Valeur vraie ou acceptée [% (m/m)] | 98,9 | 99,7 | 99,0 | 99,7 | 93,3 | 89,1 | 85,0 |
| Écart-type de répétabilité, s_r [% (m/m)] | 0,79 | 0,35 | 0,71 | 0,48 | 0,63 | 0,55 | 1,54 |
| Écart-type relatif de répétabilité (%) | 0,80 | 0,30 | 0,71 | 0,48 | 0,68 | 0,62 | 1,87 |
| Limite de répétabilité, $r = 2,8 \times s_r$ [% (m/m)] | 2,22 | 0,98 | 2,00 | 1,37 | 1,78 | 1,57 | 4,34 |
| Écart-type de reproductibilité, s_R [% (m/m)] | 1,69 | 2,73 | 1,24 | 2,90 | 1,17 | 1,95 | 2,66 |
| Écart-type relatif de reproductibilité (%) | 1,71 | 2,73 | 1,25 | 2,90 | 1,27 | 2,19 | 3,24 |
| Limite de reproductibilité, $R = 2,8 \times s_R$ [% (m/m)] | 4,77 | 7,72 | 3,50 | 8,20 | 3,33 | 5,52 | 7,53 |