

NORME  
INTERNATIONALE

**ISO**  
**11052**

Première édition  
1994-09-01

---

---

**Farines et semoules de blé dur —  
Détermination de la teneur en pigments  
jaunes**

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

*Durum wheat flour and semolina — Determination of yellow pigment  
content*

[ISO 11052:1994](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b99ef7ad-16fc-4b2b-ac0c-3ee4819c4ff5/iso-11052-1994>



Numéro de référence  
ISO 11052:1994(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 11052 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits agricoles alimentaires*, sous-comité SC 4, *Céréales et légumineuses*.

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

© ISO 1994

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

Imprimé en Suisse

# Farines et semoules de blé dur — Détermination de la teneur en pigments jaunes

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode pour la détermination de la teneur en pigments jaunes de la farine et de la semoule de blé dur (*Triticum durum* L.).

## 2 Référence normative

La norme suivante contient 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, l'édition indiquée était 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 l'édition la plus récente de la norme indiquée 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)*.

## 3 Définition

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

**3.1 teneur en pigments jaunes:** Critère essentiel de qualité des matières premières utilisées pour la fabrication des pâtes, définie comme la teneur en caroténoïdes extractibles de l'albumen.

Elle est exprimée en milligrammes de  $\beta$ -carotène dans 100 g de matière sèche.

## 4 Principe

Extraction des caroténoïdes au *n*-butanol saturé en eau, à température ambiante puis, évaluation par photométrie de la densité optique du filtrat clair par comparaison avec des solutions étalons de  $\beta$ -carotène.

## 5 Réactifs

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

### 5.1 *n*-Butanol saturé en eau

Préparer un mélange constitué de *n*-butanol et d'eau distillée dans la proportion 6:2 (V/V), et l'agiter vigoureusement. Utiliser le surnageant clair après séparation des phases.

### 5.2 Oxyde diéthylique

**5.3  $\beta$ -Carotène de synthèse,** cristallisé, finement pulvérisé.

## 6 Appareillage

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

**6.1 Broyeur,** ayant les caractéristiques suivantes:

- construit en matériau n'absorbant pas l'humidité;
- facile à nettoyer;
- présentant un espace mort minimal;

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 11052:1994  
standards/iso-11052-1994

— permettant un broyage rapide et uniforme, sans provoquer d'échauffement sensible et en évitant au maximum le contact avec l'air extérieur.

**6.2 Spectromètre**, réglé pour opérer à une longueur d'onde de 440 nm.

**6.3 Fioles coniques**, de 200 ml de capacité, de préférence en verre fumé, munies de bouchons en verre rodé.

**6.4 Fioles coniques**, de 100 ml de capacité.

**6.5 Fioles jaugées**, de 10 ml de capacité, à col étroit, munies de bouchons en verre rodé.

**6.6 Fioles jaugées**, de 100 ml et de 250 ml de capacité, munies de bouchons en verre rodé.

**6.7 Pipettes à un trait**, de 20 ml et 25 ml de capacité.

**6.8 Verre de montre** ou **boîte de Petri**, pour couvrir l'entonnoir (6.10).

**6.9 Papier filtre**, dur, plissé.

**6.10 Entonnoir**.

**6.11 Balance analytique**, précise à 0,001 g près.

## 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. Une méthode d'échantillonnage recommandée est donnée dans l'ISO 2170.

## 8 Préparation de l'échantillon pour essai

Les formes et semoules de granulométrie inférieure à 0,5 mm peuvent être utilisées telles quelles, en ayant soin d'éviter tout échauffement.

Moudre les semoules de granulométrie supérieure à 0,5 mm à l'aide du broyeur (6.1).

NOTE 1 Un essai comparatif a permis de démontrer qu'une granulométrie inférieure à 0,5 mm était appropriée.

## 9 Détermination de la teneur en eau

Déterminer la teneur en eau de l'échantillon conformément à l'ISO 712.

## 10 Détermination des pigments jaunes

### 10.1 Préparation de l'extrait

Peser, à 0,001 g près, 10 g de l'échantillon éventuellement moulu (voir article 8) les placer dans une fiole conique de 200 ml (6.3) puis les disperser dans 50 ml de *n*-butanol saturé en eau (5.1), de façon à obtenir une suspension homogène. Boucher la fiole, et agiter plusieurs fois avec précaution au cours de la première heure. Laisser reposer toute une nuit (16 h à 18 h) à température ambiante.

NOTE 2 Si l'on ne dispose pas de fioles en verre fumé, protéger les fioles bouchées de la lumière.

Le lendemain, homogénéiser à nouveau le contenu, puis filtrer **complètement** à travers le papier filtre (6.9) dans une fiole conique de 100 ml (6.4). Pour éviter les pertes de solvant par évaporation, placer l'entonnoir (6.10) sur la fiole et le recouvrir avec un verre de montre ou une boîte de Petri (6.8).

### 10.2 Détermination

Déterminer la densité optique du filtrat clair en mesurant l'absorbance à 440 nm avec le spectromètre (6.2).

Utiliser du *n*-butanol saturé en eau et non filtré pour le réglage de l'instrument et les déterminations à blanc.

Lire la teneur correspondante en  $\beta$ -carotène à partir de la courbe d'étalonnage.

### 10.3 Préparation de la solution étalon de $\beta$ -carotène

Dans une fiole jaugée de 100 ml (6.6), peser, à 0,001 g près, exactement 0,025 g de  $\beta$ -carotène. Le dissoudre dans de l'oxyde diéthylique (5.2). Compléter au trait repère avec de l'oxyde diéthylique et mélanger soigneusement.

Prélever, à la pipette (6.7), 20 ml de cette solution homogène (= 5 mg de  $\beta$ -carotène), les placer dans une fiole jaugée de 250 ml (6.6). Compléter au trait repère avec du *n*-butanol saturé en eau (5.1) et mélanger soigneusement.

Prélever, à la pipette, 25 ml de cette solution, les placer dans une fiole jaugée de 100 ml (6.6). Compléter au trait repère avec du *n*-butanol saturé en eau et mélanger soigneusement.

La solution ainsi obtenue constitue la solution étalon. Sa concentration est la suivante:

$$1 \text{ ml} = 0,005 \text{ mg} = 5 \text{ } \mu\text{g} \text{ de } \beta\text{-carotène.}$$

#### 10.4 Tracé de la courbe d'étalonnage

Dans des fioles jaugées de 10 ml (6.5) préalablement étalonnées, préparer des dilutions appropriées de la solution étalon (10.3) avec le *n*-butanol saturé en eau (par exemple, une gamme allant de 0,5 ml à 3 ml de solution étalon dans 10 ml).

Mesurer l'absorbance *A* de chaque dilution et tracer la courbe d'étalonnage ( $\beta$ -carotène dans 10 ml de solution en fonction de l'absorbance).

#### 11 Calcul

La teneur en pigments jaunes,  $w_p$ , exprimée en milligrammes de  $\beta$ -carotène dans 100 g de matière sèche, est égale à

$$w_p = \frac{5a}{100 - H}$$

où

*a* est la teneur en  $\beta$ -carotène lue à partir de la courbe d'étalonnage correspondant à l'extrait de 10 ml (équivalent à 2 g d'échantillon), en milligrammes;

*H* est la teneur en eau, en pourcentage en masse, de l'échantillon.

#### 12 Fidélité

Les résultats d'un essai interlaboratoire sont donnés dans l'annexe A.

##### 12.1 Exactitude des résultats

Le  $\beta$ -carotène est utilisé pour l'échantillonnage, mais n'est pas présent dans l'albumen, ou seulement comme constituant mineur des pigments. Il peut donc exister entre les valeurs obtenues et la valeur vraie un écart allant jusqu'à 5 %. Cette erreur est cependant inévitable car il est difficile de se procurer des xanthophylles (lutéine) pour l'étalonnage, mais les conséquences sont mineures.

##### 12.2 Répétabilité

Pour une teneur en pigments jaunes allant de 0,651 mg/100 g à 0,754 mg/100 g, 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 le même laboratoire et par le même opérateur utilisant le même appareillage, et dans un court intervalle de temps, ne doit pas être supérieure à 0,03 mg/100 g.

##### 12.3 Reproductibilité

Pour une teneur en pigments jaunes allant de 0,651 mg/100 g à 0,754 mg/100 g, 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 0,3 mg/100 g.

#### 13 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,
- 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 par la présente Norme internationale, ou facultatifs, ainsi que les incidents éventuels susceptibles d'avoir agi sur le(les) résultat(s) d'essai.

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

## Annexe A (informative)

### Résultat de l'essai interlaboratoire

Un essai interlaboratoire réalisé par l'Association internationale des sciences et technologies céréalières (ICC) en 1989, impliquant sept laboratoires ayant effectué chacun quatre déterminations sur cha-

que échantillon a donné les résultats présentés dans le tableau A.1 (analysés statistiquement, conformément à l'ISO 5725).

**Tableau A.1**

Échantillon	I	II	III	IV	V	VI
Nombre de laboratoires retenus après élimination des aberrants	7	7	7	7	7	7
Moyenne (mg/100 g, sur sec)	0,754	0,731	0,697	0,699	0,658	0,651
Écart-type de répétabilité $s_r$ (mg/100 g, sur sec)	0,007 28	0,007 21	0,010 8	0,005 68	0,006 05	0,007 36
Coefficient de variation de répétabilité, %	0,96	0,99	1,55	0,81	0,92	1,13
Répétabilité, $2,83 s_r$ (mg/100 g, sur sec)	0,020	0,020	0,031	0,016	0,017	0,021
Écart-type de reproductibilité $s_R$ (mg/100 g, sur sec)	0,082 0	0,084 3	0,096 5	0,098 6	0,105 6	0,088 0
Coefficient de variation de reproductibilité, %	10,83	11,53	13,84	14,24	16,05	13,52
Reproductibilité, $2,83 s_R$ (mg/100 g, sur sec)	0,233	0,238	0,273	0,282	0,299	0,249

## **Annexe B** (informative)

### **Bibliographie**

- [1] ISO 2170:1980, *Céréales et légumineuses — Échantillonnage des produits de mouture*.
- [2] 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*.

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO 11052:1994](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b99ef7ad-16fc-4b2b-ac0c-3ee4819c4ff5/iso-11052-1994)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b99ef7ad-16fc-4b2b-ac0c-3ee4819c4ff5/iso-11052-1994>

## iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 11052:1994

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b99ef7ad-16fc-4b2b-ac0c-3ee4819c4ff5/iso-11052-1994>

---

---

### ICS 67.060.00

**Descripteurs:** produit agricole, produit végétal, produit alimentaire, produit céréalier, blé dur, farine, semoule, essai, détermination, pigment, essai comparatif.

Prix basé sur 5 pages

---

---