

NORME
INTERNATIONALE

ISO
11214

Première édition
1996-07-01

**Amidon modifié — Dosage des groupes
carboxyles dans l'amidon oxydé**

iTeh STANDARD PREVIEW
*Modified starch — Determination of carboxyl group content of oxidized
starch*
(standards.iteh.ai)

ISO 11214:1996

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/134f4295-951d-4da1-ba32-43e19cb9be10/iso-11214-1996>



Numéro de référence
ISO 11214:1996(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 11214 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 11214:1996
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1544295-951d-4da1-ba32-43e19cb9be10/iso-11214-1996>

© ISO 1996

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

Amidon modifié — Dosage des groupes carboxyles dans l'amidon oxydé

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode pour le dosage des groupes carboxyles dans l'amidon oxydé.

La méthode convient au dosage des groupes carboxyles jusqu'à une teneur de 1 % (*m/m*).

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 1666:—¹⁾, *Amidon et fécule — Détermination de l'humidité — Méthode par séchage à l'étuve.*

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

ISO 3946:1982, *Amidons, fécules et produits dérivés — Détermination de la teneur en phosphore total — Méthode spectrophotométrique.*

3 Principe

Les groupes carboxyles sont convertis sous la forme

acide par addition d'un acide minéral à une prise d'essai homogénéisée d'amidon oxydé.

Les cations et l'excès d'acide sont éliminés par lavage à l'eau.

L'échantillon lavé est gélatinisé et titré à l'aide d'une solution d'hydroxyde de sodium.

Pour la fécule de pomme de terre oxydée, le résultat est corrigé pour la teneur en groupes phosphates.

4 Réactifs et produits

Sauf indication différente, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau de qualité 2, conformément à l'ISO 3696. L'eau utilisée doit être exempte de dioxyde de carbone.

4.1 Acide chlorhydrique, solution à 0,1 mol/l.

4.2 Hydroxyde de sodium, solution titrée, $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$, exempte de dioxyde de carbone.

4.3 Phénolphtaléine dans l'éthanol, solution à 1 g/l, 90 % (V/V).

4.4 Nitrate d'argent, solution à 10 g/l.

5 Appareillage

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

5.1 Bêchers, de 100 ml et 600 ml de capacité.

5.2 Agitateur magnétique.

1) À publier. (Révision de l'ISO 1666:1973)

5.3 Filtre à vide, muni d'un creuset en verre fritté de porosité moyenne ou d'un entonnoir de Büchner de 55 mm de diamètre muni d'un petit papier filtre rond (filtration moyenne).

5.4 Bain-marie bouillant.

5.5 Agitateur mécanique.

5.6 Broyeur à couteau.

5.7 Tamis de contrôle, de 800 µm d'ouverture de maille.

6 Préparation de l'échantillon pour essai

Passer l'échantillon au tamis de contrôle (5.7). S'il ne passe pas, broyer l'échantillon au moyen du broyeur à couteau (5.6) de manière à ce que le matériau passe sans refus sur le tamis. Homogénéiser l'échantillon.

NOTE 1 Dans le cas d'amidon oxydé de maïs ou de froment, il peut être souhaitable de dégraisser l'échantillon par extraction au Soxhlet avec un mélange de propanol et d'eau (3 + 1) de façon à corriger la part des lipides dans la teneur en groupes carboxyles.

7 Mode opératoire

7.1 Prise d'essai

Peser, à 0,1 mg près, 5 g d'échantillon pour essai dans le bécher de 100 ml (5.1).

7.2 Conversion des sels carboxyliques

Ajouter 25 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.1) dans le bécher et agiter pendant 30 min avec l'agitateur magnétique (5.2).

7.3 Lavage

Filtrer la suspension sous vide à travers un creuset en verre fritté ou un entonnoir de Büchner (voir 5.3). Laver le gâteau obtenu avec de l'eau jusqu'à ce que le filtrat ne contienne plus d'ions chlorure. Vérifier l'absence d'ions chlorure en ajoutant 1 ml de solution de nitrate d'argent (4.4) à 5 ml de filtrat. Une turbidité ou une précipitation se produit dans la minute qui suit si des chlorures sont présents. Le lavage du gâteau nécessite environ 300 ml d'eau.

7.4 Gélatinisation

Transférer quantitativement le gâteau obtenu dans un bécher de 600 ml (5.1) avec 100 ml d'eau. Ajouter

200 ml d'eau, placer le bécher dans le bain-marie bouillant (5.4), agiter en continu au moyen de l'agitateur mécanique (5.5) jusqu'à ce que l'amidon gélatinise et maintenir l'agitation pendant encore 15 min.

NOTES

2 Un chauffage direct sur plaque chauffante ou bec Bunsen peut surchauffer ou brûler le matériau et surévaluer ainsi les résultats.

3 Une gélatinisation complète rend le titrage rapide et plus facile et augmente la sensibilité de détection du point final.

7.5 Titrage

Retirer le bécher du bain-marie bouillant et titrer à chaud à l'aide de la solution d'hydroxyde de sodium (4.2), en utilisant la solution de phénolphtaléine (4.3) comme indicateur jusqu'à l'obtention d'une couleur rose persistante.

NOTE 4 Le point final (à pH = 8,3) peut être déterminé par potentiométrie.

7.6 Détermination de l'humidité

Déterminer l'humidité de l'échantillon pour essai conformément à l'ISO 1666.

7.7 Détermination de la teneur en phosphore

Pour la féculé de pomme de terre oxydée, déterminer la teneur en phosphore, w_p , en pourcentage en masse, de l'échantillon pour essai conformément à l'ISO 3946.

8 Expression des résultats

8.1 Calcul

Calculer la teneur en groupes carboxyles, sur la substance sèche, à l'aide de l'équation

$$w_c = \frac{cVM_c \times 100}{m} \times \frac{100}{100 - w_m}$$

où

w_c est la teneur totale en groupes carboxyles, en pourcentage en masse, sur la substance sèche;

- c est la concentration, en moles par litre, de la solution d'hydroxyde de sodium utilisée pour le titrage;
- V est le volume, en millilitres, de la solution d'hydroxyde de sodium utilisée pour le titrage;
- M_C est la masse moléculaire relative de la fonction carboxyle ($M_C = 0,045$);
- m est la masse, en grammes, de la prise d'essai (7.1);
- w_m est l'humidité, en pourcentage en masse, de l'échantillon pour essai.

NOTE 5 La teneur en lipides de l'amidon de maïs et de froment contribue pour environ 0,1 % (m/m) à la valeur obtenue pour la teneur en groupes carboxyles. Dans le cas d'amidon oxydé de maïs ou de froment, la correction sur la teneur totale en groupes carboxyles peut se faire, si désiré, soit par déduction de 0,1 % (m/m) de w_C , soit par détermination de w_C sur un échantillon qui a été dégraissé par extraction au Soxhlet avec un mélange de propanol et d'eau (3 + 1) (voir aussi la note 1).

8.2 Correction pour les groupes phosphates

Les groupes phosphates liés à la fécule de pomme de terre oxydée contribuent à la valeur obtenue pour la teneur en groupes carboxyles. Pour la fécule de pomme de terre oxydée, corriger la teneur totale en groupes carboxyles obtenue en 8.1 en déduisant $3w_p$ de w_C .

NOTE 6 La correction $3w_p$ est déduite du calcul suivant:

$$3w_p \approx n \times \frac{M_C}{M_P} \times w_p$$

où

- w_p est la teneur en phosphore, en pourcentage en masse, de l'échantillon soumis à l'essai, obtenue en 7.7;
- n est le nombre de groupes acides libres laissés sur le phosphore ($n = 2$);
- M_C est la masse moléculaire relative de la fonction carboxyle ($M_C = 0,045$);
- M_P est la masse moléculaire relative du phosphore ($M_P = 0,031$).

9 Fidélité

La fidélité de la méthode a été établie par un essai interlaboratoire effectué conformément à l'ISO 5725-2 (référence [2] en annexe B). Voir en annexe A un récapitulatif des résultats statistiques de cet essai.

Le niveau de probabilité est de 95 % pour les limites obtenues de répétabilité et de reproductibilité.

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 dans un court intervalle de temps, ne doit pas être supérieure à 6 % du résultat le plus élevé.

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 16 % du résultat le plus élevé.

10 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit indiquer

- une référence à la présente Norme internationale;
- la méthode utilisée;
- le (les) résultat(s) obtenu(s);
- 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 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)

Tableau A.1 — Résultats statistiques de l'essai interlaboratoire

Paramètre	Échantillon ¹⁾					
	M1	M2	M3	P1	P2	P3
Nombre de laboratoires retenus après élimination des aberrants	6	6	6	6	6	6
Nombre d'aberrants (laboratoires)	-	-	-	-	-	-
Nombre de résultats acceptés	6	6	6	6	6	6
Teneur moyenne en groupes carboxyles [% (m/m)]	0,32	0,66	0,66	0,29	0,68	0,68
Écart-type de répétabilité, s_r [% (m/m)]	0,008 6	0,007 5	0,12	0,007	0,013	0,019
Écart-type relatif de répétabilité, %	2,67	1,14	1,89	2,64	1,97	2,87
Limite de répétabilité, $r = 2,8 \times s_r$ [% (m/m)]	0,024	0,021	0,035	0,020	0,038	0,054
Écart-type de reproductibilité, s_R [% (m/m)]	0,023	0,033	0,031	0,022	0,028	0,034
Écart-type relatif de reproductibilité, %	7,04	4,95	4,75	7,58	4,07	5,05
Limite de reproductibilité, $R = 2,8 \times s_R$ [% (m/m)]	0,064	0,093	0,089	0,061	0,078	0,097

1) M = amidon de maïs modifié
P = féculé de pomme de terre modifiée.

Annexe B (informative)

Bibliographie

- [1] ISO 5725-1:1994, *Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure — Partie 1: Principes généraux et définitions.*
- [2] ISO 5725-2:1994, *Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure — Partie 2: Méthode de base pour la détermination de la répétabilité et de la reproductibilité d'une méthode de mesure normalisée.*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 11214:1996

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/134f4295-951d-4da1-ba32-43e19cb9be10/iso-11214-1996>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 11214:1996

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/134f4295-951d-4da1-ba32-43e19cb9be10/iso-11214-1996>

ICS 67.180.20

Descripteurs: glucide, amidon, analyse chimique, dosage, méthode volumétrique.

Prix basé sur 5 pages
