
**Amidons et fécules modifiés —
Détermination de la teneur en acide
adipique dans les adipates de diamidon
acétylés — Méthode par chromatographie
en phase gazeuse**

iTeh STANDARD PREVIEW
*Modified starch — Determination of adipic acid content of acetylated
di-starch adipates — Gas chromatographic method*
(standards.iteh.ai)

ISO 11215:1998

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1b00bb31-4b95-4c55-b2e2-
db5ef5ed63e7/iso-11215-1998](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1b00bb31-4b95-4c55-b2e2-db5ef5ed63e7/iso-11215-1998)



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 11215 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 93, *Amidons (amidons, féculés), dérivés et sous-produits*.

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

© ISO 1998

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 modifiés — Détermination de la teneur en acide adipique dans les adipates de diamidon acétylés — Méthode par chromatographie en phase gazeuse

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination par chromatographie en phase gazeuse de l'acide adipique total et de l'acide adipique libre dans les adipates de diamidon acétylés.

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 166:1996, *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 prise d'essai est dispersée dans une solution d'hydroxyde de sodium modérément concentrée, de manière à saponifier complètement l'adipate d'amidon. Après acidification, l'acide adipique libéré est extrait par de l'acétate d'éthyle. Une fois l'acétate d'éthyle éliminé, le résidu sec est silylé. Une partie aliquote de cette solution est injectée dans un chromatographe équipé d'une colonne capillaire. L'acide pimélique est utilisé comme étalon interne.

L'acide adipique libre est extrait par lavage de l'amidon à l'aide d'eau, acidification de l'extrait et extraction de l'acide libre par de l'acétate d'éthyle.

La détermination est réalisée par silylation et par chromatographie en phase gazeuse comme décrit dans le paragraphe ci-dessus.

4 Réactifs et matériaux

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue.

4.1 Eau, de qualité 3 au moins, conformément à l'ISO 3696.

4.2 Amidon cireux de maïs, de qualité commerciale.

NOTE L'amidon de maïs cireux est choisi comme matériau de base car il représente la plus grande partie de l'adipate d'amidon se trouvant sur le marché. Il est permis, selon les besoins, de lui substituer n'importe quelle sorte d'amidon natif.

4.3 Solution d'acide adipique, $\rho(\text{C}_6\text{H}_{10}\text{O}_4) = 50,0 \text{ mg/l}$.

4.4 Solution d'acide pimélique, $\rho(\text{C}_7\text{H}_{12}\text{O}_4) = 50,0 \text{ mg/l}$.

4.5 Solution d'hydroxyde de sodium, $c(\text{NaOH}) = 4 \text{ mol/l}$.

4.6 Acide chlorhydrique, concentré, $c(\text{HCl}) = 12 \text{ mol/l}$.

4.7 Acétate d'éthyle ($\text{C}_4\text{H}_8\text{O}_2$).

4.8 Azote gazeux, de pureté 99 %.

4.9 Acétonitrile.

4.10 Réactif pour silylation: bis-(triméthylsilyl)-trifluoroacétamide (BSTFA) renfermant 1 % de triméthylchlorosilane (TMCS).

4.11 Hélium gazeux, de pureté 99,9999 % (par exemple qualité N60).

4.12 Hydrogène gazeux, de pureté 99,99 % (par exemple qualité N400 ou mieux).

4.13 Air, de pureté 99,999 % (par exemple qualité S).

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

5 Appareillage

ISO 11215:1998

Matériel courant de laboratoire et, en particulier, ce qui suit.
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1b00bb31-4b95-4c55-b2e2-db5ef5ed63e7/iso-11215-1998>

5.1 Tubes à essais en verre, 100 mm × 16 mm, à bouchons à vis munis de joints en caoutchouc revêtus de polytétrafluoréthylène (PTFE) résistant à l'acide chlorhydrique concentré (4.6).

5.2 Pipettes, ajustables, de capacités 1,00 ml et 5,00 ml, précises à 0,01 ml près.

NOTE Il convient de vérifier les pipettes pour voir si elles respectent les tolérances de fabrication. Un étalonnage peut être nécessaire.

5.3 Agitateur rotatif.

5.4 Pipettes Pasteur.

5.5 Dispositif de chauffage, capable de maintenir une température de $(30 \pm 2) \text{ }^\circ\text{C}$.

5.6 Évaporateur, dont le principe repose sur une élimination des solvants par un courant d'azote (par exemple Pierce Reacti-Vap III¹⁾).

5.7 Bain à ultrasons, puissance 120 W.

5.8 Chromatographe en phase gazeuse, à colonnes capillaires, équipé d'un détecteur à ionisation de flamme, d'un injecteur "on-column" et d'un calculateur-intégrateur. Voir annexe A pour les conditions normales de chromatographie.

¹⁾ Pierce Reacti-Vap III est l'appellation commerciale d'un produit disponible dans le commerce. 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 l'appareil ainsi désigné. Des appareils équivalents peuvent être utilisés s'il est démontré qu'ils conduisent aux mêmes résultats.

5.9 Tamis de 800 µm.

5.10 Broyeur à lames.

5.11 Centrifugeuse de laboratoire, capable de fonctionner avec une accélération radiale de 1 100 g_n .

6 Échantillonnage

Il est important que le laboratoire reçoive un échantillon réellement représentatif et qui n'a été ni endommagé ni modifié pendant le transport ou l'entreposage.

L'échantillonnage ne fait pas partie de la méthode spécifiée dans la présente Norme internationale.

7 Préparation de l'échantillon pour essai

Passer l'échantillon pour laboratoire au travers d'un tamis de 800 µm (5.9). Si le matériau ne passe pas au travers du tamis, moudre l'échantillon au moyen d'un broyeur à lames (5.10) de manière qu'il y passe en entier. Homogénéiser l'échantillon.

8 Mode opératoire

8.1 Étalonnage pour la détermination de la teneur en acide adipique total

8.1.1 Peser, à 0,1 mg près, environ 50 mg d'amidon de maïs cireux (4.2) dans chacun des quatre tubes à essai en verre (5.1).

8.1.2 À l'aide d'une pipette (5.2), introduire dans un des tubes 1,00 ml de solution d'acide adipique (4.3) et dans les autres tubes 0,75 ml, 0,50 ml et 0,25 ml, respectivement, de solution d'acide adipique (4.3).

8.1.3 Ajuster le volume dans chaque tube à 1,5 ml avec de l'eau (4.1) et ajouter dans chaque tube 1,00 ml de solution d'acide pimélique (4.4). Chaque tube contient ainsi 50 µg d'acide pimélique et 50,0 µg, 37,5 µg, 25,0 µg et 12,5 µg, respectivement, d'acide adipique.

NOTE Il est possible que l'acide pimélique renferme un peu d'acide adipique. Si cela est prouvé, il convient de préparer un cinquième tube de la même façon mais sans ajouter de solution d'acide adipique (4.3).

8.1.4 Agiter les tubes à la main pour disperser complètement l'amidon. Ajouter 2,5 ml de solution d'hydroxyde de sodium (4.5).

8.1.5 Boucher les tubes hermétiquement et les placer sur l'agitateur rotatif (5.3) pendant 5 min.

8.1.6 Enlever les tubes et, après les avoir refroidis, ajouter 1,0 ml d'acide chlorhydrique (4.6). Bien homogénéiser.

8.1.7 Ajouter 5 ml d'acétate d'éthyle (4.7). Boucher hermétiquement les tubes et les secouer vigoureusement pendant 1 min.

8.1.8 Laisser les tubes reposer jusqu'à séparation satisfaisante des phases. Avec une pipette Pasteur (5.4), transférer la couche surnageante (acétate d'éthyle) dans un tube propre à fermeture à vis.

S'assurer qu'aucune partie de la couche aqueuse n'est transférée avec la couche organique.

8.1.9 Placer les tubes dans le dispositif de chauffage (5.5) réglé à 30 °C et laisser évaporer complètement l'acétate d'éthyle sous un flux d'azote (4.8) dans l'évaporateur (5.6).

8.1.10 Répéter les opérations 8.1.7 à 8.1.9 trois fois de plus, tout en accumulant le résidu séché dans le même tube.

8.1.11 Dissoudre la totalité du résidu dans 0,6 ml d'acétonitrile (4.9) et placer les tubes fermés dans le bain à ultrasons (5.7) pendant 2 min.

8.1.12 Ajouter 0,3 ml de réactif pour silylation (4.10). Fermer les tubes et homogénéiser dans le bain à ultrasons pendant 2 min.

8.1.13 Placer les tubes dans le dispositif de chauffage (5.5) réglé à 30 °C et les y laisser pendant 30 min pour dérivation complète.

8.1.14 Injecter 0,5 µl de la solution dans le chromatographe gazeux. Voir annexe A pour les conditions normales de chromatographie.

8.2 Teneur en acide adipique total

8.2.1 Peser, à 0,1 mg près, environ 50 mg d'échantillon pour essai préparé dans un tube à essai en verre (5.1).

8.2.2 Ajouter 1,5 ml d'eau (4.1) puis 1,00 ml de solution d'acide pimélique (4.4) et bien agiter pour disperser complètement la prise d'essai.

8.2.3 Procéder de la manière indiquée de 8.1.4 à 8.1.14 inclus.

8.3 Étalonage pour la détermination de la teneur en acide adipique libre

8.3.1 Peser, à 0,1 mg près, environ 500 mg d'amidon de maïs cireux (4.2) dans chacun des quatre tubes à essai en verre (5.1).

8.3.2 À l'aide d'une pipette (5.2), introduire dans un des tubes 1,00 ml de solution d'acide adipique (4.3), et dans les autres tubes 0,75 ml, 0,50 ml et 0,25 ml respectivement, de solution d'acide adipique (4.3).

8.3.3 Ajuster le volume dans chaque tube à 4,0 ml avec de l'eau (4.1) et ajouter dans chaque tube 1,00 ml de solution d'acide pimélique (4.4). Chaque tube contient ainsi 50 µg d'acide pimélique et 50,0 µg, 37,5 µg, 25,0 µg et 12,5 µg, respectivement, d'acide adipique.

NOTE Il est possible que l'acide pimélique renferme un peu d'acide adipique. Si cela est prouvé, il convient de préparer un cinquième tube de la même façon mais sans ajouter de solution d'acide adipique (4.3).

8.3.4 Boucher les tubes hermétiquement et les agiter pendant 16 h au moyen d'un agitateur mécanique.

8.3.5 Enlever les tubes de l'agitateur et les centrifuger dans la centrifugeuse (5.11) pendant 5 min sous une accélération radiale de 1 100 g_n .

8.3.6 Transférer le liquide clair surnageant dans un tube à essai en verre propre (5.1). Ajouter 50 µl d'acide chlorhydrique (4.6) et 5 ml d'acétate d'éthyle (4.7).

8.3.7 Boucher les tubes hermétiquement et les agiter vigoureusement pendant 1 min.

8.3.8 Procéder de la manière indiquée de 8.1.8 à 8.1.14 inclus.

8.4 Teneur en acide adipique libre

8.4.1 Peser, à 0,1 mg près, environ 500 mg d'échantillon pour essai préparé dans un tube à essai en verre (5.1).

8.4.2 Ajouter 4,0 ml d'eau (4.1) puis 1,00 ml de solution d'acide pimélique (4.4) et bien agiter pour disperser complètement la prise d'essai.

8.4.3 Procéder de la manière indiquée de 8.3.4 à 8.3.8 inclus.

8.5 Teneur en humidité

Déterminer la teneur en humidité de l'échantillon pour essai conformément à l'ISO 166.

9 Expression des résultats

9.1 Courbe d'étalonnage

Déterminer les temps de rétention de l'acide pimélique et de l'acide adipique et déterminer les aires de pic des solutions d'étalonnage préparées (8.1.3). Voir l'annexe B pour un chromatogramme type.

Tracer une courbe présentant les différentes masses (en microgrammes) d'acide adipique ajouté à l'amidon de maïs cireux en abscisses et les rapports correspondants des aires de pic de l'acide adipique et de l'acide pimélique en ordonnées. Déterminer la droite d'ajustement par dérivation linéaire.

Pour chaque solution, calculer le rapport des aires de pic de l'acide adipique et de l'acide pimélique et dériver la masse correspondante d'acide adipique sur la courbe.

9.2 Calcul de la teneur en acide adipique total et libre

Calculer la teneur en acide adipique total et la teneur en acide adipique libre de l'échantillon sec à l'aide de l'équation:

$$w_a = \frac{m_a}{m} \times \frac{100\%}{(100\% - w_m)}$$

où

w_a est la teneur en acide adipique, en milligrammes par kilogramme, de l'échantillon pour essai sec;

m_a est la masse, en microgrammes, d'acide adipique dérivée de la courbe d'étalonnage (9.1);

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

w_m est la teneur en humidité, en pourcentage en masse, de l'échantillon pour essai (voir 8.5).

Arrondir le résultat à 1 mg/kg près.

9.3 Calcul de la teneur en acide adipique lié

Calculer la teneur en acide adipique lié en soustrayant la teneur en acide adipique libre de la teneur en acide adipique total.

10 Fidélité

10.1 Essai interlaboratoires

Les détails d'un essai interlaboratoires relatif à la fidélité de la méthode sont résumés dans l'annexe C. Les valeurs provenant de l'essai interlaboratoires ne sont pas applicables à d'autres plages de concentration ou d'autres matrices que celles données.

10.2 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 dépassera la valeur de r indiquée dans le tableau 1 ou dérivée à partir de celui-ci que dans 5 % au plus des cas.

10.3 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 dépassera la valeur de R indiquée dans le tableau 1 ou dérivée à partir de celui-ci que dans 5 % au plus des cas.

Tableau 1 — Limite de répétabilité (r) et limite de reproductibilité (R)

Teneur moyenne en acide adipique total mg/kg	r mg/kg	R mg/kg
90	5	33
386	21	91
405	7	114
430	22	142
659	36	175

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

11 Rapport d'essai

ISO 11215:1998

Le rapport d'essai doit indiquer: <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1b00bb31-4b95-4c55-b2e2-db5ef5ed63e7/iso-11215-1998>

- tous les renseignements nécessaires à l'identification complète de l'échantillon;
- la méthode d'échantillonnage utilisée, si elle est connue;
- la méthode d'essai utilisée;
- le(s) résultat(s) d'essai obtenu(s);
- si la répétabilité a été vérifiée, le résultat final cité qui a été obtenu;
- tous les détails opératoires non prévus dans la présente Norme internationale, ou considérés comme facultatifs, ainsi que les détails sur les incidents éventuels susceptibles d'avoir influé sur le(s) résultat(s) d'essai.

Annexe A (informative)

Conditions normales de chromatographie

Silice fondue WCOT, diamètre intérieur 0,32 mm, longueur 10 m, revêtement CP-SIL 5CB, épaisseur 0,12 µm.

A.2 Conditions opératoires

Hélium (4.11), vecteur:	25 kPa (0,25 bar)
Hydrogène (4.12):	50 kPa (0,5 bar)
Air (4.13):	100 kPa (1,0 bar)

A.3 Conditions chromatographiques

Détecteur: 300 °C.

iTeh STANDARD PREVIEW

A.4 Cycle temps-température (standards.iteh.ai)

Température initiale:	100 °C
Temps de maintien:	1 min
Vitesse de montée en température:	25 °C/min
Température finale:	290 °C
Temps de maintien:	5 min
Température de refroidissement:	100 °C

NOTE Les conditions décrites permettent de mener à bien l'analyse. Une colonne de configuration différente avec la même phase liquide permettra aussi de séparer les acides silylés, mais probablement dans des conditions différentes de celles qui sont décrites ici.

A.1 Colonne