

---

---

**Amidons et féculés modifiés —  
Détermination de la teneur en groupes  
carboxyméthyles dans l'amidon  
carboxyméthylé**

*Modified starch — Determination of content of carboxymethyl groups in  
carboxymethyl starch*

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 11216:1998

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/31f9fa41-0710-4f96-965f-a54ca01ed1f5/iso-11216-1998>



## 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 11216 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 93, *Amidons (amidons, féculés), dérivés et sous-produits*.

Les annexes A et B 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 groupes carboxyméthyles dans l'amidon carboxyméthylé

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode pour la détermination de la teneur en groupes carboxyméthyles dans l'amidon carboxyméthylé. La méthode convient à la détermination de teneurs en groupes carboxyméthyles comprises entre 1,6 % (m/m) et 10,0 % (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.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/31f9fa41-0710-4f96-965f-a54ca01ed1f5/iso-11216-1998>

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 Définition

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

### 3.1

#### **teneur en groupes carboxyméthyles**

masse des groupes carboxyméthyles sous la forme acide, divisée par la masse de l'échantillon pour essai d'amidon carboxyméthylé sous la forme acide

NOTE La teneur en groupes carboxyméthyles est exprimée en pourcentage en masse.

## 4 Principe

Les groupes carboxyméthyles sont convertis dans la forme acide par acidification d'une solution ou d'une suspension d'amidon à l'aide d'acide chlorhydrique. L'amidon est ensuite précipité avec du méthanol et laissé au repos avant d'être filtré dans un creuset en verre fritté. L'excédent d'acide est totalement éliminé par rinçage au méthanol. L'amidon est séché, puis une portion pesée est traitée avec un excédent mesuré de solution d'hydroxyde de sodium. L'hydroxyde de sodium qui n'est pas utilisé par l'échantillon est titré en retour avec de l'acide chlorhydrique.

## 5 Réactifs et matériaux

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue.

- 5.1 Eau, de qualité 3 au minimum, conformément à l'ISO 3696. L'eau doit être exempte de dioxyde de carbone.
- 5.2 Méthanol, à 100 %.
- 5.3 Acide chlorhydrique,  $c(\text{HCl}) = 4 \text{ mol/l}$ .
- 5.4 Solution d'hydroxyde de sodium,  $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$ , exempte de dioxyde de carbone.
- 5.5 Solution de phénolphtaléine, dans l'éthanol à 90 % (V/V),  $\rho(\text{phénolphthaléine}) = 10 \text{ g/l}$ .
- 5.6 Acide chlorhydrique dilué,  $c(\text{HCl}) = 0,1 \text{ mol/l}$ .
- 5.7 Chlorure de sodium.

## 6 Appareillage

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

- 6.1 Bêchers, de capacité 150 ml.
- 6.2 pH-mètre.
- 6.3 Agitateur mécanique, permettant un fort cisaillement, résistant à l'explosion.
- 6.4 Bêchers, de capacité 500 ml.
- 6.5 Creusets, en verre fritté, de 40 ml de volume, de porosité P40 (indice de grosseur de pore compris entre 16  $\mu\text{m}$  et 40  $\mu\text{m}$ ).
- 6.6 Étuve, pouvant être réglée à une température de  $40 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ , équipée d'un dispositif d'aération et résistant à l'explosion.
- 6.7 Pilon et mortier.
- 6.8 Tamis de 800  $\mu\text{m}$ .
- 6.9 Broyeur à lames.
- 6.10 Agitateur magnétique.

## 7 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.

## 8 Préparation de l'échantillon pour essai

Passer l'échantillon pour laboratoire au travers d'un tamis de 800  $\mu\text{m}$  (6.8). Si le matériau ne passe pas au travers du tamis, moudre l'échantillon au moyen d'un broyeur à lames (6.9) de manière qu'il passe complètement au travers du tamis de 800  $\mu\text{m}$ . Homogénéiser l'échantillon.

## 9 Mode opératoire

**AVERTISSEMENT** — Le méthanol est un matériau clé pour la présente analyse et son utilisation intervient en quantités importantes. Il est impératif de prendre toutes les mesures de sécurité nécessaires, en raison de la toxicité et de l'inflammabilité du méthanol. Travailler sous une hotte aspirante à l'abri des explosions. Tout appareillage mécanique et électrique utilisé doit être à l'épreuve des explosions. Par ailleurs, l'élimination des résidus de méthanol doit être effectuée conformément aux prescriptions légales.

### 9.1 Prise d'essai

Peser, à 1 mg près, environ 3 g de l'échantillon préparé pour essai, et les introduire dans un bécher de 150 ml (6.1).

### 9.2 Conversion des sels carboxyméthylés

Humidifier la prise d'essai avec 3 ml de méthanol (5.2) et agiter à l'aide d'une spatule jusqu'à obtenir un mélange homogène. Ajouter 75 ml d'eau (5.1) et agiter jusqu'à dispersion totale.

NOTE Dans le cas d'amidons fortement visqueux, il est possible d'utiliser 6 ml de méthanol et 100 ml d'eau, afin d'obtenir une solution facile à agiter.

Acidifier la solution obtenue avec de l'acide chlorhydrique (5.3) jusqu'à obtenir un pH égal à 1, en utilisant le pH-mètre (6.2). Agiter pendant 30 min au moyen de l'agitateur (6.3).

### 9.3 Précipitation de la forme acide

Introduire 300 ml de méthanol (5.2) dans un bécher de 500 ml (6.4). Verser au goutte-à-goutte dans le méthanol la solution dissoute de la prise d'essai, en agitant vigoureusement.

NOTE Si la prise d'essai est dispersée dans 100 ml d'eau (voir note en 9.2), alors 400 ml de méthanol sont nécessaires pour précipiter l'amidon.

Une fois l'ajout terminé, poursuivre l'agitation pendant encore 1 min. Recouvrir le bécher et laisser reposer pendant 2 h.

### 9.4 Récupération de la forme acide précipitée

Faire décanter le liquide limpide contenu dans le bécher, en le recueillant dans un récipient approprié. Filtrer sous vide le résidu, sur un creuset en verre fritté (6.5).

Quand le précipité est sec, ajouter 25 ml de méthanol (5.2). Agiter et procéder à une nouvelle aspiration.

Répéter cette étape jusqu'à ce que le pH du filtrat soit supérieur à 3,5. Effectuer un dernier rinçage avec du méthanol.

Transvaser, dans un verre de montre, le précipité contenu dans le creuset, et le faire sécher dans l'étuve (6.6) à 40 °C pendant quelques heures.

### 9.5 Prise d'essai nécessaire au titrage

Moudre le précipité sec avec pilon et mortier (6.7).

Peser, à 0,1 mg près, environ 1,5 g de matière et les introduire dans un bécher de 150 ml (6.1).

NOTE Il convient que la masse prélevée contienne entre 0,5 mmol et 1,5 mmol de groupes carboxyméthyles.

### 9.6 Titrage

Humidifier l'échantillon avec 2 ml de méthanol (5.2) et ajouter 75 ml d'eau (5.1) afin de le dissoudre. Faire chauffer le contenu du bécher dans un bain-marie bouillant à 90 °C. Laisser refroidir à température ambiante avant de poursuivre le mode opératoire.

Ajouter à la solution 25,00 ml de solution d'hydroxyde de sodium (5.4). Recouvrir le bécher à l'aide d'un film et agiter pendant 1 h à l'aide d'un agitateur magnétique (6.10).

Introduire deux ou trois gouttes de solution de phénolphtaléine (5.5) et titrer avec de l'acide chlorhydrique (5.6) jusqu'à décoloration.

NOTE 1 En cas de titrage potentiométrique, il convient de réaliser celui-ci dans un récipient fermé, en adoptant pour point limite pH = 9,0.

NOTE 2 En cas d'obtention d'une solution fortement visqueuse lors du titrage, il est possible de réduire cette viscosité en ajoutant jusqu'à 50 mg de chlorure de sodium (5.7).

## 9.7 Essai à blanc

Introduire 25,00 ml de solution d'hydroxyde de sodium (5.4) dans un bécher de 150 ml (6.1). Ajouter 2 ml de méthanol (5.2) et 75 ml d'eau (5.1).

Titre avec l'acide chlorhydrique (5.6) comme décrit en 9.6.

## 9.8 Détermination de l'humidité

À l'aide d'une prise d'essai d'environ 1 g, déterminer la teneur en humidité de la prise d'essai destinée au titrage (9.5), conformément à l'ISO 166.

## 10 Calcul

iTeh STANDARD PREVIEW

10.1 Calculer la teneur en groupes carboxyméthyles sur la substance sèche de l'échantillon pour essai, à l'aide de l'équation:

$$w_c = \frac{c \times M_c \times (V_b - V_s) \times 100 \%}{m} \times \frac{100 \%}{100 \% - w_m}$$

ISO 11216:1998  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/319fa41-0710-4f96-965f-m4ca01ed1f5/iso-11216-1998>

où

$w_c$  est la teneur en groupes carboxyméthyles, en pourcentage en masse, de la substance sèche de l'échantillon pour essai rincé à l'acide;

$c$  est la concentration, en moles par litre, de l'acide chlorhydrique dilué (5.6) utilisé pour le titrage;

$M_c$  est la masse molaire, en grammes par mole, de la fonction carboxyméthyle ( $M_c = 58$  g/mol);

$V_b$  est le volume, en millilitres, d'acide chlorhydrique dilué (5.6) utilisé pour l'essai à blanc;

$V_s$  est le volume, en millilitres, d'acide chlorhydrique dilué (5.6) utilisé pour le titrage de l'échantillon;

$m$  est la masse, en milligrammes, de la prise d'essai nécessaire au titrage (9.5);

$w_m$  est l'humidité, en pourcentage en masse, de l'échantillon pour le titrage (9.5), déterminé en 9.8.

Arrondir le résultat à 0,01 % ( $m/m$ ) près.

10.2 Le résultat peut être calculé en degré de substitution du carboxyméthyle, qui est défini comme le rapport du nombre de moles de carboxyméthyle au nombre de moles d'anhydroglucose.

Le degré de substitution du carboxyméthyle dans la matière sèche de l'échantillon pour essai peut être calculé à l'aide de l'équation:

$$x_c = \frac{w_c \times M_a}{(100\% - w_c) \times M_c}$$

où

$x_c$  est le degré de substitution du carboxyméthyle, en fraction molaire, dans la matière sèche de l'échantillon pour essai;

$w_c$  est la teneur en groupes carboxyméthyles, en pourcentage en masse, de la matière sèche de l'échantillon pour essai;

$M_a$  est la masse molaire, en grammes par mole, de l'anhydroglucose ( $M_a = 162$  g/mol);

$M_c$  est la masse molaire, en grammes par mole, de la fonction carboxyméthyle ( $M_c = 58$  g/mol).

Arrondir le résultat au millième le plus proche.

## 11 Fidélité

### 11.1 Essai interlaboratoires

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

### 11.2 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 pas, dans 5 % au plus des cas:

- 7,9 % de la moyenne des deux résultats d'essai à une teneur de 1,6 % (*m/m*);
- 3,8 % de la moyenne des deux résultats d'essai à une teneur comprise entre 5,9 % (*m/m*) et 7,5 % (*m/m*).

### 11.3 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 pas, dans 5 % au plus des cas:

- 23,8 % de la moyenne des deux résultats d'essai à une teneur de 1,6 % (*m/m*);
- 15 % de la moyenne des deux résultats d'essai à une teneur comprise entre 5,9 % (*m/m*) et 7,5 % (*m/m*).

## 12 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit indiquer:

- 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.

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

ISO 11216:1998

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/31f9fa41-0710-4f96-965f-a54ca01ed1f5/iso-11216-1998>

## Annexe A (informative)

### Résultats de l'essai interlaboratoires

Un essai interlaboratoires, organisé sur le plan international, avec la participation de 14 laboratoires, a été effectué sur quatre échantillons différents d'amidon carboxyméthylé de pomme de terre.

Les résultats obtenus ont été soumis à une analyse statistique conformément à l'ISO 5725<sup>[1]</sup> et donnent les valeurs de fidélité indiquées dans le tableau A.1.

Tableau A.1

Paramètre	Échantillon <sup>1)</sup>			
	1	2	3	4
Nombre de laboratoires retenus après élimination des aberrants	13	12	13	12
Nombre d'aberrants (laboratoires)	1	2	1	2
Nombre de résultats acceptés	26	24	26	24
Teneur moyenne en groupes carboxyméthyles, % (m/m)	7,46	1,62	5,96	5,94
Écart-type de répétabilité ( $s_r$ ), % (m/m)	0,102	0,045	0,064	0,042
Coefficient de variation de répétabilité, %	1,36	2,78	1,08	0,71
Limite de répétabilité ( $r$ ) ( $r = 2,8 \times s_r$ ), % (m/m)	0,287	0,128	0,182	0,119
Écart-type de reproductibilité ( $s_R$ ), % (m/m)	0,381	0,136	0,315	0,271
Coefficient de variation de reproductibilité, %	5,11	8,37	5,29	4,56
Limite de reproductibilité ( $R$ ) ( $R = 2,8 \times s_R$ ), % (m/m)	1,078	0,385	0,891	0,767
1) Tous les échantillons étaient des amidons de pomme de terre carboxyméthyles.				