
**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*

<https://standards.iteh.ai>
Document Preview

[ISO 11216:1998](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/31f9fa41-0710-4f96-965f-a54ca01ed1f5/iso-11216-1998)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/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 11216:1998

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

© 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.

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 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 μm et 40 μm).
- 6.6 Étuve, pouvant être réglée à une température de 40 °C \pm 2 °C, équipée d'un dispositif d'aération et résistant à l'explosion.
- 6.7 Pilon et mortier.
- 6.8 Tamis de 800 μm .
- 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 μm (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 μm . 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 1666.

10 Calcul

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

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

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

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: