

NORME INTERNATIONALE **ISO** 3093



INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION • МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ • ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

● Céréales — Détermination de l'indice de chute

Cereals — Determination of falling number

Première édition — 1974-12-15

CDU 633.1 : 577.154.087,5

Réf. N° : ISO 3093-1974 (F)

Descripteurs : produit agricole, produit céréalier, céréale en grain, essai, mesurage, activité enzymatique.

AVANT-PROPOS

L'ISO (Organisation Internationale de Normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (Comités Membres ISO). L'élaboration de Normes Internationales est confiée aux Comités Techniques ISO. Chaque Comité Membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du Comité Technique correspondant. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO, participent également aux travaux.

Les Projets de Normes Internationales adoptés par les Comités Techniques sont soumis aux Comités Membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes Internationales par le Conseil de l'ISO.

La Norme Internationale ISO 3093 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 34, *Produits agricoles alimentaires*, et soumise aux Comités Membres en mars 1973.

Elle a été approuvée par les Comités Membres des pays suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	France	Roumanie
Allemagne	Hongrie	Royaume-Uni
Autriche	Inde	Tchécoslovaquie
Brésil	Irlande	Turquie
Bulgarie	Israël	U.R.S.S.
Canada	Pays-Bas	Yougoslavie
Egypte, Rép. arabe d'	Pologne	

Le Comité Membre du pays suivant a désapprouvé le document pour des raisons techniques :

Nouvelle-Zélande

La présente Norme Internationale est basée sur la Norme N° 107 de l'Association Internationale pour la Chimie des Céréales (AICC).

Céréales — Détermination de l'indice de chute

1 OBJET

La présente Norme Internationale spécifie une méthode de détermination de l'«indice de chute» des céréales, en vue de déterminer l'activité de l'alpha-amylase.

2 DOMAINE D'APPLICATION

La méthode est applicable aux céréales en grains, et notamment au blé et au seigle, et à leurs produits de mouture dont la dimension des particules répond aux spécifications de 7.5. Elle n'est pas actuellement appliquée en brasserie.

3 RÉFÉRENCES

ISO/R 712, *Céréales et produits céréaliers — Dosage de l'eau (Méthode pratique)*.

ISO/R 950, *Céréales — Échantillonnage (cas des grains)*.

ISO 2170, *Céréales et légumineuses — Échantillonnage des produits de mouture*.

4 DÉFINITION

indice de chute : Temps total, exprimé en secondes, compté à partir de l'immersion d'un tube viscosimétrique dans un bain d'eau bouillante, nécessaire pour mettre en œuvre, dans des conditions déterminées, un agitateur viscosimétrique et lui permettre de traverser, en tombant, une distance fixée, dans un gel aqueux de farine ou de mouture intégrale de céréales contenu dans ce tube et subissant une liquéfaction.

5 PRINCIPE

Gélatinisation rapide d'une suspension aqueuse de farine ou de mouture intégrale de céréales dans un bain d'eau bouillante, et mesurage de la liquéfaction par l'alpha-amylase de l'empois de l'amidon contenu dans l'échantillon.

6 RÉACTIF

Eau distillée ou eau de pureté au moins équivalente.

7 APPAREILLAGE

7.1 Appareil correspondant à la description suivante¹⁾ ou tout autre appareil équivalent.

Cet appareil comprend les éléments suivants :

7.1.1 Bain d'eau, de hauteur 20 cm et de diamètre 15 cm, équipé d'un couvercle muni d'un support de tube viscosimétrique, d'une pince pour maintenir le tube viscosimétrique après son introduction et d'un réfrigérant pour réduire l'échappement de la vapeur d'eau.

7.1.2 Plaque électrique chauffante, de 600 W, dont le diamètre ne dépasse pas celui du bain d'eau (7.1.1).

7.1.3 Agitateur viscosimétrique métallique, constitué d'une tige munie de deux arrêts et portant, à son extrémité inférieure, un anneau circulaire à trois rayons. L'agitateur doit se déplacer à frottement doux à travers un bouchon en ébonite et sa masse, sans le bouchon, doit être de $25 \pm 0,05$ g.

Les figures 1 et 2 donnent les schémas de l'agitateur viscosimétrique et de son anneau circulaire, avec les dimensions.

7.1.4 Tubes viscosimétriques de précision, en verre spécial, ayant les dimensions suivantes : diamètre intérieur $21 \pm 0,02$ mm, diamètre extérieur $23,8 \pm 0,25$ mm, hauteur intérieure $220 \pm 0,3$ mm.

7.1.5 Bouchons en caoutchouc, pour les tubes viscosimétriques.

7.2 Pipette, de $25 \pm 0,2$ ml.

7.3 Compteur automatique avec signaux ou, à défaut, chronomètre avec arrêt, pour réaliser le rythme d'agitation approprié.

7.4 Balance.

1) L'Organisation Internationale de Normalisation attire l'attention sur le fait qu'il est signalé que cette disposition fait l'objet d'un brevet dont les droits appartiennent à la Société Falling Number AB, Norrlandsgatan 16, Stockholm C (Suède). Bien que ce brevet semble couvrir la disposition spécifiée en 7.1, l'ISO n'est pas compétente pour exprimer une opinion quant à sa validité ou son domaine d'application. Le titulaire de ce brevet a donné l'assurance à l'Organisation Internationale de Normalisation qu'il est disposé à négocier des licences à des conditions raisonnables à quiconque dans le monde en fera la demande.

7.5 Broyeur¹⁾, permettant éventuellement le broyage d'un produit renfermant jusqu'à 30 % d'eau.

Le broyeur doit être réglé pour obtenir une mouture conforme aux spécifications du tableau 1.

TABLEAU 1 – Dimensions requises pour les particules

Ouverture de maille du tamis	Mouture passant à travers le tamis
μm	%
710	100
500	95 à 100
210 à 200	80 ou moins

7.6 Tamis, de 0,8 mm d'ouverture de maille.

8 ÉCHANTILLONNAGE

Voir ISO/R 950 ou ISO 2170, selon le cas.

9 MODE OPÉRATOIRE

9.1 Préparation de l'échantillon pour essai

9.1.1 Cas des grains

Éliminer de l'échantillon pour laboratoire les poussières et les grosses impuretés, puis prélever 300 g environ de grains.

Un échantillon plus petit, de 200 g environ, donnerait des résultats moins reproductibles, mais peut être utilisé pour les contrôles courants.

Broyer l'échantillon au moyen de l'appareil (7.5) en opérant avec précaution, de façon à éviter l'échauffement et la surcharge.

Poursuivre le broyage durant 30 à 40 s après la fin de l'introduction de l'échantillon dans le broyeur. On peut éliminer les sons restant sur la grille jusqu'à concurrence de 1 %.

Bien mélanger l'ensemble du produit broyé.

9.1.2 Cas des farines

Faire passer la farine au travers du tamis (7.6) de façon à désagréger les agglomérats.

9.2 Teneur en eau de l'échantillon pour essai

Déterminer la teneur en eau de la mouture ou de la farine suivant l'ISO/R 712, avant d'effectuer la prise d'essai.

9.3 Prise d'essai

9.3.1 Si la teneur en eau (voir 9.2) est de 15 %, peser, à 0,05 g près, 7 g de l'échantillon pour essai (9.1).

9.3.2 Si la teneur en eau est différente, utiliser une prise d'essai correspondant à une masse nominale de 7 g à une teneur en eau de 15 % (voir tableau 2).

TABLEAU 2 – Masse de la prise d'essai en fonction de la teneur en eau

Teneur en eau de l'échantillon pour essai	Masse de la prise d'essai	
	pour une masse nominale de 7 g (à 15 % de teneur en eau)	pour une masse nominale de 9 g (à 15 % de teneur en eau)
%	g	g
9,0	6,40	8,20
9,2	6,45	8,25
9,4	6,45	8,25
9,6	6,45	8,30
9,8	6,50	8,30
10,0	6,50	8,35
10,2	6,55	8,35
10,4	6,55	8,40
10,6	6,55	8,40
10,8	6,60	8,45
11,0	6,60	8,45
11,2	6,60	8,50
11,4	6,65	8,50
11,6	6,65	8,55
11,8	6,70	8,55
12,0	6,70	8,60
12,2	6,70	8,60
12,4	6,75	8,65
12,6	6,75	8,65
12,8	6,80	8,70
13,0	6,80	8,70
13,2	6,80	8,75
13,4	6,85	8,80
13,6	6,85	8,80
13,8	6,90	8,85
14,0	6,90	8,85
14,2	6,90	8,90
14,4	6,95	8,90
14,6	6,95	8,95
14,8	7,00	8,95
15,0	7,00	9,00
15,2	7,00	9,05
15,4	7,05	9,05
15,6	7,05	9,10
15,8	7,10	9,10
16,0	7,10	9,15
16,2	7,15	9,20
16,4	7,15	9,20
16,6	7,15	9,25
16,8	7,20	9,25
17,0	7,20	9,30
17,2	7,25	9,35
17,4	7,25	9,35
17,6	7,30	9,40
17,8	7,30	9,40
18,0	7,30	9,45

1) Les broyeurs Kamas 120 A et 200 A répondent à ces conditions.

9.3.3 Si l'on désire une plus grande différenciation des valeurs trouvées pour les échantillons ayant une activité amylasique très élevée, il est possible d'utiliser une prise d'essai correspondant à une valeur nominale de 99 g à 15 % de teneur en eau (voir tableau 2).

9.4 Détermination

Remplir le bain d'eau (7.1.1) avec de l'eau distillée jusqu'à 2 ou 3 cm du bord supérieur. Porter l'eau à l'ébullition et maintenir une vive ébullition pendant toute la durée de l'essai.

NOTE — L'indice de chute est influencé par la température d'ébullition de l'eau, laquelle est fonction de la pression atmosphérique. Lorsque cette température descend aux environs de 97 °C, ce qui peut se produire en particulier dans les régions d'altitude élevée, les chiffres obtenus pour l'indice de chute sont de 10 % plus élevés. Il est alors nécessaire d'ajuster la température d'ébullition à 100 °C, par exemple par addition d'éthylène glycol ou de glycérol (voir tableau 3).

TABLEAU 3 — Élévation de la température d'ébullition

Élévation requise pour la température °C	Quantité à ajouter, % (V/V)	
	Éthylène glycol	Glycérol
0,2	1,9	2,5
0,4	3,9	4,9
0,6	5,8	7,4
0,8	7,8	9,8
1,0	9,7	12,3
1,2	11,3	14,2
1,4	12,9	16,1
1,6	14,4	18,1
1,8	16,0	20,0
2,0	17,6	21,9

Transvaser la prise d'essai dans le tube viscosimétrique (7.1.4), et y introduire 25 ml d'eau (6) à 20 ± 5 °C à l'aide de la pipette (7.2).

Aussitôt après, boucher le tube avec un bouchon de caoutchouc (7.1.5) et agiter vigoureusement à la main 20 fois, ou plus si nécessaire, afin d'obtenir une suspension uniforme.

Enlever le bouchon de caoutchouc et placer l'agitateur (7.1.3) dans le tube en raclant les parois de celui-ci, de façon à entraîner dans la suspension les traces de mouture ou de farine.

Plonger le tube muni de l'agitateur dans le bain d'eau bouillante à travers l'ouverture du support du tube.

Déclencher le compteur automatique (7.3) dès que le tube touche le bas du faux fond du bain d'eau. Fixer le tube et son bouchon en ébonite à l'aide d'une attache tournante.

Après exactement 5 s à partir de l'immersion du tube viscosimétrique, commencer à agiter la suspension à la main à la cadence de deux agitations par seconde, chaque agitation correspondant à un mouvement ascendant et un mouvement descendant (voir 9.5.1).

À chaque mouvement ascendant et descendant, les bagues inférieure et supérieure de l'agitateur doivent toucher respectivement la base A du bouchon en ébonite et le fond B de sa partie supérieure (voir figure 1), ce qui détermine l'amplitude de l'agitation.

Après un total de 59 s, amener l'agitateur à sa position haute, la bague inférieure étant au contact du bouchon en ébonite fixé au tube viscosimétrique par l'attache tournante. Libérer l'agitateur exactement 60 s après le déclenchement du compteur automatique (voir 9.5.2).

Lorsque l'agitateur est tombé de sa propre masse de façon que la partie inférieure de la bague supérieure de l'agitateur arrive au niveau C de la surface supérieure du bouchon en ébonite, le compteur est automatiquement arrêté et une sonnerie retentit (voir 9.5.3).

Relever sur le compteur le temps total, en secondes.

Effectuer deux déterminations sur le même échantillon pour essai.

9.5 Notes

9.5.1 Agitation. L'agitation est la phase la plus importante dans la détermination du temps de chute. Un très grand soin doit être pris pour agiter avec le rythme convenable, car l'expérience a montré que des rythmes différents peuvent provoquer des variations considérables dans les résultats.

Ce risque d'erreur peut être réduit en utilisant un compteur automatique, lequel au moyen de sons et de signaux lumineux, indique le rythme correct. La méthode est grandement simplifiée par l'emploi d'un agitateur magnétique. Un équipement semi-automatique ou entièrement automatique est recommandé.

9.5.2 Avant le déclenchement du compteur automatique qui donne deux signaux par seconde afin de faciliter le rythme de l'agitation, le micro-contact pour le mesurage du temps est placé par rotation près de l'agitateur.

9.5.3 Lorsqu'on utilise un chronomètre, l'arrêter lorsque l'agitateur est tombé de sa propre masse, au moment où la partie inférieure de la bague supérieure arrive au niveau de la surface supérieure du bouchon en ébonite.

10 EXPRESSION DES RÉSULTATS

10.1 Mode de calcul

10.1.1 Indice de chute

Le temps total, en secondes, compté à partir de l'immersion du tube viscosimétrique dans le bain d'eau jusqu'au moment où la partie inférieure de l'arrêt supérieur de l'agitateur atteint le niveau C de la surface supérieure du bouchon en ébonite (voir figure 1), représente l'«indice de chute».

Le temps d'agitation est inclus dans l'indice de chute.

Prendre comme résultat la moyenne arithmétique des deux déterminations si les conditions de répétabilité (voir 10.2) sont remplies. Dans le cas contraire, effectuer à nouveau deux déterminations.

10.1.2 *Nombre de liquéfaction*

La réalisation de mélanges de farines ayant un indice de chute désiré est rendu possible par la conversion de l'«indice de chute» en «nombre de liquéfaction» au moyen de la formule empirique

$$\text{Nombre de liquéfaction (LN)} = \frac{6\,000}{\text{Indice de chute} - 50}$$

où le nombre 6 000 est une constante, et le nombre 50 correspond approximativement au temps, exprimé en secondes, nécessaire à l'amidon contenu dans la farine pour se gélatiser suffisamment pour être attaqué par les enzymes.

NOTE — La formule donnée en 10.1.2 est seulement applicable dans le cas d'une prise d'essai de 7 g.

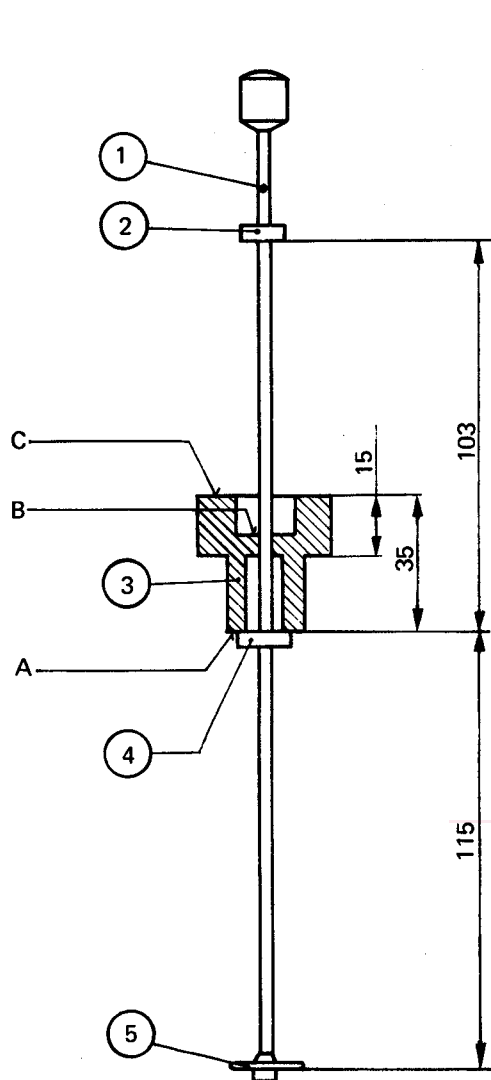
10.2 *Répétabilité*

Le résultat de chacune des deux déterminations, effectuées sur le même échantillon, ne doit pas présenter une différence supérieure à $\pm 5\%$ par rapport à la moyenne arithmétique des deux résultats.

11 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

Le procès-verbal d'essai doit indiquer la méthode utilisée et le résultat 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 résultat.

Le procès-verbal doit donner tous les renseignements nécessaires à l'identification complète de l'échantillon.



- 1 Tige de l'agitateur
- 2 Bague supérieure de l'agitateur
- 3 Bouchon en ébonite
- 4 Bague inférieure de l'agitateur
- 5 Anneau circulaire

FIGURE 1 — Schéma de l'agitateur viscosimétrique

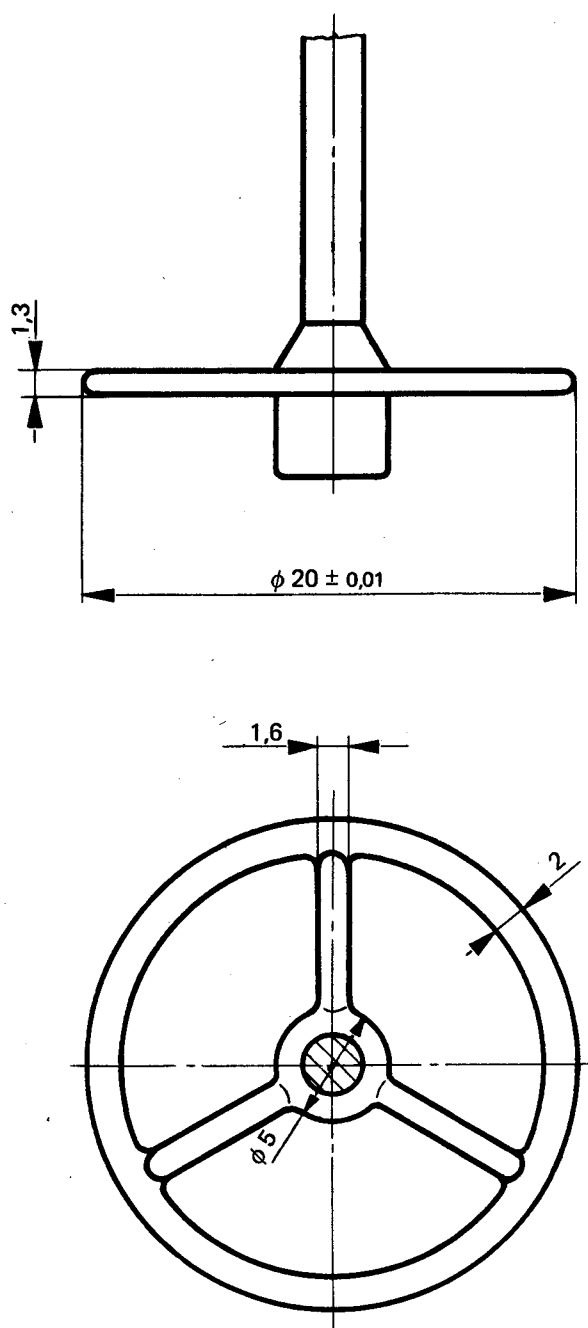


FIGURE 2 — Schéma de l'anneau circulaire de l'agitateur