

---

---

**Amidon modifié — Détermination de la  
teneur en hydroxypropyle — Méthode  
spectrométrique de résonance magnétique  
nucléaire du proton**

*Modified starch — Determination of hydroxypropyl content — Method using  
proton nuclear magnetic resonance (NMR) spectrometry*

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

[ISO 11543:2000](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/032d29e6-bfc0-424a-bf0a-5d345467d829/iso-11543-2000)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/032d29e6-bfc0-424a-bf0a-5d345467d829/iso-11543-2000>



**PDF – Exonération de responsabilité**

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

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

[ISO 11543:2000](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/032d29e6-bfc0-424a-bf0a-5d345467d829/iso-11543-2000)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/032d29e6-bfc0-424a-bf0a-5d345467d829/iso-11543-2000>

© ISO 2000

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'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office  
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20  
Tel. + 41 22 749 01 11  
Fax. + 41 22 749 09 47  
E-mail [copyright@iso.ch](mailto:copyright@iso.ch)  
Web [www.iso.ch](http://www.iso.ch)

Imprimé en Suisse

## 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 Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 3.

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.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments de la présente Norme internationale peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

La Norme internationale ISO 11543 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 93, *Amidon (amidons, féculés), dérivés et sous-produits*.

**iTeh STANDARD PREVIEW**

L'annexe A de la présente Norme internationale est donnée uniquement à titre d'information.

[ISO 11543:2000](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/032d29e6-bfc0-424a-bf0a-5d345467d829/iso-11543-2000)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/032d29e6-bfc0-424a-bf0a-5d345467d829/iso-11543-2000>

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

ISO 11543:2000

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/032d29e6-bfc0-424a-bf0a-5d345467d829/iso-11543-2000>

# Amidon modifié — Détermination de la teneur en hydroxypropyle — Méthode spectrométrique de résonance magnétique nucléaire du proton

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode spectrométrique de résonance magnétique nucléaire du proton pour la détermination de la teneur en hydroxypropyle de l'amidon modifié granulaire.

## 2 Références normatives

Les documents normatifs suivants contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui y est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Pour les références datées, les amendements ultérieurs ou les révisions de ces publications ne s'appliquent pas. Toutefois, les parties prenantes aux accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des documents normatifs indiqués ci-après. Pour les références non datées, la dernière édition du document normatif en référence s'applique. Les membres de l'ISO et de la CEI possèdent le registre des Normes internationales en vigueur.

ISO 1666:1996, *Amidon et fécule — Détermination de l'humidité — Méthode par séchage à l'étuve.*

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/032d29e6-bfc0-424a-bf0a-703451795e-1556102a>

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

## 3 Principe

Dissolution de l'amidon modifié par hydrolyse partielle dans une solution de chlorure de deutérium dans de l'oxyde de deutérium.

Mesurage du signal provenant des trois protons du groupe méthyle du groupe fonctionnel hydroxypropyle.

Un étalon interne, constitué d'acide 3-triméthylsilyl-1-propane sulfonique sous forme de sel de sodium, est utilisé.

## 4 Réactifs et matériels

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue.

**4.1 Eau**, conforme au moins à la qualité 3 de l'ISO 3696. Elle doit être exempte de dioxyde de carbone.

**4.2 Oxyde de deutérium**, d'une pureté d'au moins 99,8 %, dans des flacons à bouchon fileté de 25 ml.

**4.3 Oxyde de deutérium**, d'une pureté d'au moins 99,95 %, dans des ampoules scellées de 0,75 ml.

**4.4 Solution de chlorure de deutérium**,  $c(\text{DCI}) \approx 2 \text{ mol/l}$ .

Diluer 1 ml de chlorure de deutérium concentré [forme commerciale,  $w(\text{DCI}) \approx 38 \%$  (en masse)] dans 5 ml d'oxyde de deutérium (4.2).

#### 4.5 Solution étalon interne.

L'étalon interne est préparé en pesant simultanément et l'étalon et le solvant.

Dissoudre environ 50 mg d'acide 3-triméthylsilyl-1-propane sulfonique (TSPSA) sous forme de sel de sodium (CAS N° 2039-96-51), pesé à 0,1 mg près, dans environ 5 g d'oxyde de deutérium (4.2), pesé à 0,1 mg près. Conserver dans un flacon étanche.

### 5 Appareillage

Appareillage de laboratoire courant et, en particulier, les éléments suivants.

5.1 **Balance analytique**, permettant de peser à 0,1 mg près.

5.2 **Bécher**, d'une capacité de 400 ml.

5.3 **Fiole à vide** et **entonnoir Büchner**.

5.4 **Étuve de séchage à vide**, équipée d'une pompe pouvant maintenir une pression ne dépassant pas 10 kPa.

5.5 **Tube**, de 5 mm, pour la résonance magnétique nucléaire, muni d'un «spinner» pour enregistrer le spectre en rotation.

5.6 **Micropipettes**, d'une capacité de 5 ml, précises à 0,05 ml, et micropipettes de capacités 0,1 ml et 0,05 ml, précises à 0,001 ml.

5.7 **Bain-marie**.

5.8 **Spectromètre de résonance magnétique nucléaire**, d'une puissance minimale de 60 MHz, permettant l'obtention de spectres du proton et la réalisation d'analyses quantitatives.

5.9 **Tamis**, ayant une ouverture de pores de 800 µm.

5.10 **Broyeur à couteaux**.

### 6 Échantillonnage

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

Il est important que le laboratoire reçoive un échantillon réellement représentatif, non endommagé ou modifié lors du transport et de l'entreposage.

### 7 Préparation de l'échantillon pour essai

Tamiser l'échantillon de laboratoire à l'aide d'un tamis de 800 µm (5.9). Si le matériau ne passe pas au travers du tamis, moudre l'échantillon à l'aide du broyeur à couteaux (5.10) jusqu'à ce qu'il passe entièrement au travers du tamis de 800 µm. Homogénéiser l'échantillon.

## 8 Mode opératoire

### 8.1 Lavage de l'échantillon

**8.1.1** Peser environ 20 g de l'échantillon pour essai préparé dans le bécher (5.2). Ajouter 200 ml d'eau (4.1) à température ambiante et agiter pendant 15 min.

En cas de faible dispersion ou de filtration lente, répéter l'étape 8.1.1 avec de l'eau réfrigérée (4.1).

**8.1.2** Filtrer l'amidon au moyen de l'entonnoir Büchner et de la fiole à vide (5.3).

**8.1.3** Répéter deux fois les étapes 8.1.1 et 8.1.2.

**8.1.4** Sécher l'amidon lavé pendant au moins 4 h dans l'étuve de séchage à vide (5.4) à une température de  $(30 \pm 5)$  °C.

### 8.2 Teneur en humidité

À l'aide d'une prise d'essai de 5 g, déterminer, conformément à l'ISO 1666, la teneur en humidité de l'échantillon pour essai lavé et séché (8.1.4).

### 8.3 Préparation de la solution pour essai

**8.3.1** Peser, à 0,1 mg près, environ 12 mg, en équivalent de matière sèche, de l'échantillon pour essai lavé et séché (8.1.4) dans le tube (5.5).

**8.3.2** À l'aide d'une micropipette (5.6), ajouter dans le tube (5.5) le contenu d'une ampoule d'oxyde de deutérium (4.3) et 0,1 ml de solution de chlorure de deutérium (4.4).

**8.3.3** Boucher le tube, mélanger, puis placer dans un bain-marie en ébullition (5.7).

**8.3.4** Après 3 min, si une solution claire est obtenue, retirer le tube du bain-marie et laisser refroidir à température ambiante. Si la solution obtenue n'est pas claire, poursuivre le traitement dans le bain-marie (5.7) pendant 1 h au maximum pour obtenir une solution claire.

**8.3.5** Sécher l'extérieur du tube (5.5) et peser à 0,1 mg près. À l'aide d'une micropipette (5.6), ajouter 0,05 ml de solution étalon interne (4.5) dans le tube. Peser, à 0,1 mg près, pour déterminer la masse de la solution étalon interne (4.5) introduite dans le tube (5.5).

**8.3.6** Bien mélanger, ajuster le «spinner» et placer le tube (5.5) dans le spectromètre (5.8). Mettre le tube (5.5) en rotation.

### 8.4 Enregistrement du spectre

**8.4.1** Effectuer les réglages appropriés sur l'instrument de manière à obtenir un spectre convenable. Un temps de relaxation d'au moins 15 s est recommandé pour un instrument à transformées de Fourier.

**8.4.2** Utiliser une fenêtre spectrale comprise entre  $-0,5$  ppm et  $+6$  ppm, en se référant au signal méthylé du TSPSA à 0 ppm.

**8.4.3** Pour un spectromètre de résonance magnétique nucléaire à transformées de Fourier, transformer le signal de décroissance libre d'induction, ou «FID» (Free Induction Decay), en spectre et lancer le sous-programme d'intégration après les corrections de phase.

**8.4.4** Mesurer les surfaces de pic du doublet provenant du groupe méthyle du groupe fonctionnel hydroxypropyle à  $+1,2$  ppm et des groupes méthyliques du TSPSA à 0 ppm, après correction de la ligne de base.

## 9 Calcul et expression des résultats

Calculer la teneur en hydroxypropyle,  $w_h$ , de l'échantillon pour essai sec à l'aide de l'équation suivante:

$$w_h = \frac{3A_h}{A_{is}} \times \frac{w_{is} \times m_{is}}{M_{is}} \times M_h \times \frac{100\%}{m} \times \frac{100\%}{100\% - w_m}$$

où

$w_h$  est la teneur en hydroxypropyle, en % (en masse), de l'échantillon pour essai sec;

$A_h$  est la surface, en unités de surface, du groupe méthyle du groupement hydroxypropyle;

$A_{is}$  est la surface, en unités de surface, des groupes méthyliques de l'étalon interne (TSPSA);

3 est une valeur numérique représentant les trois groupes méthyliques dans le TSPSA;

$w_{is}$  est la fraction en masse, en milligrammes par gramme, du TSPSA dans la solution étalon interne (4.5);

$m_{is}$  est la masse, en grammes, de la solution étalon interne (4.5), dans le tube de résonance magnétique nucléaire (voir 8.3.5);

$M_{is}$  est la masse molaire, en grammes par mole, du TSPSA ( $M_{is} = 218$  g/mol);

$M_h$  est la masse molaire, en grammes par mole, du groupe hydroxypropylique ( $M_h = 59$  g/mol);

$m$  est la masse, en milligrammes, de l'échantillon pour essai lavé et séché dans le tube de résonance magnétique nucléaire (voir 8.3.1);

$w_m$  est la teneur en humidité, en pourcentage en masse, de l'échantillon pour essai lavé et séché (voir 8.2);

Reporter le résultat à 0,1 % (en masse) près.

## 10 Fidélité

### 10.1 Essai interlaboratoires

Les détails d'un essai interlaboratoires relatif à la fidélité de la méthode sont résumés dans l'annexe A. Les valeurs dérivées de cet essai interlaboratoires peuvent ne pas s'appliquer aux plages de concentrations ou matrices autres que celles données.

### 10.2 Répétabilité

La différence absolue entre deux résultats d'essais 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, n'excédera que dans 5 % des cas au plus la limite de répétabilité  $r$  donnée dans le Tableau 1 ou obtenue à partir de celui-ci.

### 10.3 Reproductibilité

La différence absolue entre deux résultats d'essai individuels, obtenus à l'aide de la même méthode sur un matériau d'essai identique soumis à l'essai dans des laboratoires différents par des opérateurs différents utilisant des appareillages différents, n'excédera que dans 5 % des cas au plus la limite de reproductibilité  $R$  donnée dans le Tableau 1 ou obtenue à partir de celui-ci.

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

Teneur en hydroxypropyle % (en masse)	$r$ % (en masse)	$R$ % (en masse)
0,82	0,31	0,48
3,35	0,98	0,98
3,60	0,76	0,95
5,80	0,70	1,72
6,40	2,33	2,59

## 11 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit indiquer:

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

ISO 11543:2000

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/032d29e6-bfc0-424a-bf0a-5d345467d829/iso-11543-2000>