
**Riz — Détermination de la teneur en
amylose —**

Partie 1:
Méthode de référence

Rice — Determination of amylose content —

Part 1: Reference method

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6647-1:2007

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a5a0aa19-7e64-42d8-8bba-c695a03eafc4/iso-6647-1-2007>



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 6647-1:2007](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a5a0aa19-7e64-42d8-8bba-c695a03eafc4/iso-6647-1-2007)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a5a0aa19-7e64-42d8-8bba-c695a03eafc4/iso-6647-1-2007>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2007

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.org
Web www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principe	2
5 Réactifs	2
6 Appareillage	3
7 Échantillonnage	4
8 Procédure	4
8.1 Préparation de l'échantillon pour essai	4
8.2 Prise d'essai et préparation de la solution d'essai	4
8.3 Préparation de la solution témoin	4
8.4 Préparation du graphique d'étalonnage	4
8.5 Détermination	5
9 Expression des résultats	5
10 Fidélité	6
10.1 Essai interlaboratoires	6
10.2 Répétabilité	6
10.3 Reproductibilité	6
11 Rapport d'essai	6
Annexe A (informative) Détermination de la qualité de l'étalon d'amylose de pomme de terre	7
Annexe B (informative) Exemple d'un analyseur FIA pour la détermination d'amylose	9
Annexe C (informative) Résultats d'un essai interlaboratoires	10
Bibliographie	12

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 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. 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 du présent document 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.

L'ISO 6647-1 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits alimentaires*, sous-comité SC 4, *Céréales et légumineuses*.

La présente édition de l'ISO 6647-1, ainsi que l'ISO 6647-2, annule et remplace l'ISO 6647:1987, qui a fait l'objet d'une révision technique.

L'ISO 6647 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Riz — Détermination de la teneur en amylose*:

- *Partie 1: Méthode de référence*
- *Partie 2: Méthodes de routine*

Riz — Détermination de la teneur en amylose —

Partie 1: Méthode de référence

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 6647 spécifie une méthode de référence pour la détermination de la teneur en amylose du riz usiné, non étuvé. La méthode s'applique à du riz dont la teneur en amylose est supérieure à 5 % (fraction massique).

La présente partie de l'ISO 6647 peut également être utilisée pour le riz décortiqué, le maïs, le millet et d'autres céréales, si l'extension de ce domaine d'application a été validée par l'utilisateur.

2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 712, *Céréales et produits céréaliers — Détermination de la teneur en eau — Méthode de référence pratique*

ISO 7301, *Riz — Spécifications*

ISO 8466-1, *Qualité de l'eau — Étalonnage et évaluation des méthodes d'analyse et estimation des caractères de performance — Partie 1: Évaluation statistique de la fonction linéaire d'étalonnage*

ISO 15914, *Aliments des animaux — Détermination enzymatique de la teneur totale en amidon*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions donnés dans l'ISO 7301 ainsi que les suivants s'appliquent.

3.1

amylose

constituant polysaccharide de l'amidon formé d'unités de glucose reliées les unes aux autres selon une structure principalement linéaire

3.2

amylopectine

constituant polysaccharide de l'amidon formé d'unités de glucose reliées les unes aux autres selon une structure ramifiée

4 Principe

Broyage du riz en une farine très fine pour rompre la structure de l'endosperme afin de faciliter la dispersion complète et la gélatinisation, suivi d'un dégraissage de la farine. Dispersion d'une prise d'essai dans une solution d'hydroxyde de sodium, puis ajout d'une solution iodée à une portion aliquote. Détermination spectrométrique de l'absorbance, à 720 nm, du complexe coloré formé.

Lecture de la teneur (fraction massique) en amylose de l'échantillon à partir d'un graphique d'étalonnage, construit grâce à des mélanges d'amylose et d'amylopectine de pomme de terre afin de prendre en considération l'effet de l'amylopectine sur la couleur du complexe amylose-iodé de la solution d'essai.

NOTE En réalité, la méthode détermine l'affinité de l'amylose pour l'iode. La détermination est réalisée à 720 nm en vue de réduire le plus possible les effets perturbateurs de l'amylopectine.

5 Réactifs

N'utiliser que des réactifs de qualité analytique reconnue, sauf mention contraire, ainsi que de l'eau distillée ou déminéralisée, ou une eau de pureté équivalente.

5.1 Méthanol, 85 % (fraction volumique).

5.2 Éthanol, 95 % (fraction volumique).

5.3 Solutions d'hydroxyde de sodium de dispersion.

5.3.1 Hydroxyde de sodium, solution à 1 mol/l.

5.3.2 Hydroxyde de sodium, solution à 0,09 mol/l.

5.4 Solutions de déprotéinisation

5.4.1 Solution détergente

Dissoudre du dodécylbenzène-sulfonate de sodium correspondant à une concentration de 20 g/l. Juste avant utilisation, ajouter du sulfite de sodium à une concentration finale de 2 g/l.

5.4.2 Hydroxyde de sodium, pour élimination des protéines, solution à 3 g/l.

5.5 Acide acétique, solution à 1 mol/l.

5.6 Solution iodée

Peser, à 5 mg près, 2,000 g d'iodure de potassium dans un flacon à tare équipé d'un bouchon. Ajouter suffisamment d'eau pour que se forme une solution saturée. Ajouter 0,200 g d'iode, à 1 mg près. Transférer la solution quantitativement dans une fiole jaugée de 100 ml (6.6) lorsque l'iode se sera dissoute, puis compléter au trait avec de l'eau et mélanger.

Préparer une solution fraîche pour chaque jour d'utilisation et la conserver à l'abri de la lumière.

5.7 Suspension normalisée d'amylose de pomme de terre, exempte d'amylopectine, 1 g/l.

5.7.1 Dégraisser l'amylose de pomme de terre avec du méthanol (5.1) sous reflux pendant 4 h à 6 h dans un extracteur à un débit de 5 à 6 gouttes par seconde.

Il convient que l'amylose de pomme de terre soit pure et testée par titrage ampérométrique ou potentiométrique. Certains produits commerciaux sont impurs et donneraient des résultats faussement élevés pour la fraction massique en amylose des échantillons de riz. Il convient que l'amylose pure complexe lie 19 % à 20 % de sa propre masse d'iode. Pour vérifier la pureté de l'amylose, voir l'Annexe A.

5.7.2 Étaler l'amylose de pomme de terre dégraissée sur un plateau et laisser reposer pendant 2 jours en vue de permettre l'évaporation du méthanol résiduel et d'atteindre l'équilibre de la teneur en eau.

Suivre la même procédure avec l'amylopectine (5.8) ainsi qu'avec les échantillons pour essai (8.1).

5.7.3 Peser $100 \text{ mg} \pm 0,5 \text{ mg}$ d'amylose de pomme de terre dégraissée et conditionnée dans une fiole conique de 100 ml (6.8). Ajouter précautionneusement 1 ml d'éthanol (5.2) en rinçant l'amylose de pomme de terre qui adhérerait aux parois de la fiole. Ajouter 9,0 ml de solution d'hydroxyde de sodium à 1 mol/l (5.3.1) et mélanger. Puis faire chauffer le mélange au bain-marie (6.7) pendant 10 min en vue de disperser l'amylose de pomme de terre. Laisser refroidir à température ambiante et transvaser dans une fiole jaugée de 100 ml (6.6).

Compléter au trait avec de l'eau et mélanger vigoureusement.

1 ml de cette suspension normalisée contient 1 mg d'amylose de pomme de terre.

Lorsque les échantillons pour essai, l'amylose et l'amylopectine sont conditionnés dans le même environnement, aucune correction de la teneur en eau n'est nécessaire et les résultats sont obtenus sur la base d'un riz usiné sec. Si les échantillons pour essai et les étalons ne sont pas préparés dans les mêmes conditions, la teneur en eau des échantillons et des étalons doit être déterminée comme spécifié dans l'ISO 712 et il convient que les résultats soient corrigés en conséquence.

5.8 Suspension normalisée de l'amylopectine, 1 g/l.

Réaliser la préparation à partir de riz usiné glutineux (cireux) dont l'amidon est réputé contenir au moins 99 % (par masse) d'amylopectine. Faire tremper le riz blanchi glutineux et mélanger dans un mélangeur de laboratoire adapté (6.1) jusqu'à obtenir un produit finement divisé. Retirer les protéines par extraction exhaustive à l'aide d'une solution détergente (5.4.1) ou avec une solution d'hydroxyde de sodium (5.4.2). Le laver puis le dégraisser avec du méthanol (5.1) sous reflux comme décrit en 5.7.1. Étaler l'amylopectine déprotéinée et dégraissée sur un plateau et laisser reposer pendant 2 jours en vue de permettre l'évaporation du méthanol résiduel et d'atteindre l'équilibre de la teneur en eau.

Suivre la procédure indiquée en 5.7.3, mais remplacer l'amylose par l'amylopectine.

1 ml de cette suspension normalisée contient 1 mg d'amylopectine.

Il convient que le pouvoir de fixation d'iode de l'amylopectine soit inférieur à 0,2 % (voir l'Annexe A).

6 Appareillage

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

6.1 Mélangeur de laboratoire.

6.2 Broyeur, capable de réduire le riz usiné non cuit en farine qui passera à travers un tamis de $150 \mu\text{m}$ à $180 \mu\text{m}$ (100 mesh à 80 mesh). L'utilisation d'un filtre cyclone avec un tamis de 0,5 mm est recommandée.

6.3 Tamis, taille $150 \mu\text{m}$ à $180 \mu\text{m}$ (100 mesh à 80 mesh).

6.4 Spectrophotomètre, avec cellules correspondantes, généralement d'une longueur de trajectoire d'1 cm, capable de mesurer une absorbance à 720 nm.

6.5 Appareillage d'extraction, capable de traiter sous reflux des échantillons avec du méthanol à un débit de 5 à 6 gouttes par seconde.

6.6 Fioles jaugées, 100 ml.

6.7 Bain-marie.

6.8 **Fioles coniques**, 100 ml.

6.9 **Balance analytique**, capable de peser à 0,000 1 g près.

7 Échantillonnage

Il est important que le laboratoire reçoive un échantillon réellement représentatif, n'ayant subi aucune détérioration ni modification lors du transport ou du stockage.

L'échantillonnage ne fait pas partie de la méthode spécifiée dans la présente partie de l'ISO 6647. Une méthode d'échantillonnage recommandée est présentée dans l'ISO 13690 [3].

8 Procédure

8.1 Préparation de l'échantillon pour essai

Dans le filtre cyclone (6.2), broyer au moins 10 g de riz usiné en une farine très fine qui passera à travers le tamis (6.3).

Dégraissier la farine avec du méthanol (5.1) sous reflux. Suivre la procédure indiquée en 5.7.1.

NOTE Les lipides entrent en compétition avec l'iode dans la formation d'un complexe avec l'amylose et il a été démontré que le dégraissage de la farine de riz réduit efficacement l'interférence des lipides. Des teneurs (fractions massiques) en amylose plus élevées seront obtenues en utilisant des échantillons dégraissés.

Après le dégraissage, étaler une fine couche de farine dans un récipient ou dans un verre de montre et laisser reposer pendant 2 jours en vue de permettre l'évaporation du méthanol résiduel et d'atteindre l'équilibre de la teneur en eau (5.7).

AVERTISSEMENT — Utiliser les mesures de précaution habituelles, comme une hotte d'aspiration par exemple, lors de l'évaporation du méthanol.

8.2 Prise d'essai et préparation de la solution d'essai

Peser (6.9) 100 mg \pm 0,5 mg de l'échantillon pour essai (8.1) dans une fiole conique de 100 ml (6.8). À cette prise d'essai, ajouter précautionneusement 1 ml d'éthanol (5.2) en rinçant la prise d'essai qui adhérerait aux parois de la fiole. Ajouter 9,0 ml de solution d'hydroxyde de sodium à 1 mol/l (5.3.1) et mélanger. Puis faire chauffer le mélange au bain-marie (6.7) pendant 10 min en vue de disperser l'amidon. Laisser refroidir à température ambiante et transvaser dans une fiole jaugée de 100 ml (6.6).

Compléter au trait avec de l'eau et mélanger vigoureusement.

8.3 Préparation de la solution témoin

Préparer une solution témoin en suivant la même procédure et en respectant les mêmes quantités pour tous les réactifs conformément à la détermination, mais en utilisant 5,0 ml de solution d'hydroxyde de sodium à 0,09 mol/l (5.3.2) au lieu de la solution d'essai.

8.4 Préparation du graphique d'étalonnage

8.4.1 Préparation du jeu de solutions d'étalonnage

Mélanger les volumes de suspensions normalisées d'amylose (5.7) et d'amylopectine (5.8) de pomme de terre et la solution d'hydroxyde de sodium à 0,09 mol/l (5.3.2) conformément au Tableau 1.

Tableau 1 — Ensemble des solutions d'étalonnage

Teneur (fraction massique) en amylose du riz usiné % de la matière sèche ^a	Amylose de pomme de terre (5.7) ml	Amylopectine (5.8) ml	NaOH à 0,09 mol/l (5.3.2) ml
0	0	18	2
10	2	16	2
20	4	14	2
25	5	13	2
30	6	12	2
35	7	11	2

^a Ces valeurs ont été calculées sur la base d'une teneur moyenne en amidon de 90 % (fraction massique) du riz usiné en pourcentage de la matière sèche.

8.4.2 Développement de la couleur et mesurages spectrophotométriques

Pipeter 5,0 ml de chaque solution d'étalonnage (8.4.1) dans une série de fioles jaugées de 100 ml (6.6) contenant chacune environ 50 ml d'eau. Ajouter 1,0 ml d'acide acétique (5.5) et mélanger. Puis ajouter 2,0 ml de solution iodée (5.6), remplir d'eau jusqu'au trait et mélanger. Laisser reposer 10 min.

Mesurer l'absorbance à 720 nm par rapport à la solution témoin (8.3) à l'aide du spectrophotomètre (6.4).

8.4.3 Détermination du graphique d'étalonnage

Préparer un graphique d'étalonnage en déterminant l'absorbance en fonction de la teneur (fraction massique) en amylose, exprimée en pourcentage par masse, dans le riz usiné par rapport à la matière sèche.

8.5 Détermination

Pipeter 5,0 ml de la solution d'essai (8.2) dans une fiole jaugée de 100 ml (6.6) contenant environ 50 ml d'eau et procéder comme indiqué en 8.4.2, en commençant par ajouter de l'acide acétique (5.5).

Mesurer l'absorbance à 720 nm par rapport à la solution témoin (8.3) à l'aide du spectrophotomètre (6.4).

NOTE Un mesurage automatique, par exemple à l'aide d'un analyseur automatique à injection de flux (FIA), peut être réalisé (voir l'exemple donné en Annexe B) au lieu des mesurages spectrophotométriques manuels.

Réaliser deux déterminations sur prises d'essai séparées prélevées sur le même échantillon.

9 Expression des résultats

La teneur (fraction massique) en amylose, exprimée en fraction massique de la matière sèche, est obtenue en portant l'absorbance (8.5) sur le graphique d'étalonnage (8.4.3), conformément à l'ISO 8466-1.

Prendre comme résultat la moyenne arithmétique des deux déterminations.