

---

# NORME INTERNATIONALE



# 1666

---

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

---

## Amidon et féculé – Détermination de l'humidité – Méthodes par séchage à l'étuve

Première édition – 1973-07-01

*Handwritten note:* K (parte à la dessiccation)  
iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

[ISO 1666:1973](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c71f16ba-9575-4fb-a721-09e07710d28e/iso-1666-1973)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c71f16ba-9575-4fb-a721-09e07710d28e/iso-1666-1973>

---

CDU 664.2 : 543.81

Réf. N° : ISO 1666-1973 (F)

**Descripteurs** : hydrate de carbone, amidon, dosage, teneur en eau.

Prix basé sur 6 pages

## AVANT-PROPOS

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.

Avant 1972, les résultats des travaux des Comités Techniques étaient publiés comme Recommandations ISO; maintenant, ces documents sont en cours de transformation en Normes Internationales. Compte tenu de cette procédure, la Norme Internationale ISO 1666 remplace la Recommandation ISO/R 1666:1970 établie par le Comité Technique ISO/TC 93, *Amidon (Amidons, féculés), dérivés et sous-produits*.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c71f16ba-9575-4f1b-a721-09e07710d28e/iso-1666-1973>

Les Comités Membres des pays suivants avaient approuvé la Recommandation :

Afrique du Sud, Rép. d'	France	Pays-Bas
Allemagne	Hongrie	Pologne
Autriche	Inde	Suisse
Chili	Iran	Royaume-Uni
Colombie	Irlande	Tchécoslovaquie
Egypte, Rép. arabe d'	Israël	Thaïlande
Espagne	Nouvelle-Zélande	Turquie

Le Comité Membre du pays suivant avait désapprouvé la Recommandation pour des raisons techniques :

U.S.A.

# Amidon et fécula – Détermination de l'humidité – Méthodes par séchage à l'étuve

## 1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie deux méthodes de détermination de l'humidité de l'amidon et de la fécula :

- la méthode de séchage à l'étuve à 130 °C à la pression atmosphérique (Méthode 1);
- la méthode de séchage à l'étuve à 100 °C ou 73 °C sous pression réduite (Méthode 2).

Ces méthodes sont applicables aux amidons et féculas natifs. Pour la majorité des transactions courantes portant sur les amidons ou féculas natifs, il a été prouvé que la méthode rapide de séchage à l'étuve à 130 °C (Méthode 1) était satisfaisante.

Dans des cas spéciaux, par exemple si l'amidon ou la fécula à analyser contient des substances instables à la température de 130 °C, ou si l'humidité relative de l'atmosphère est élevée, la méthode de séchage à l'étuve sous pression réduite (méthode 2) peut être utilisée. Les résultats obtenus par cette dernière méthode sont considérés comme similaires aux résultats obtenus par la méthode rapide (méthode 1), mais sont, en général, plus élevés de 0,1 à 0,3 % en valeur absolue.

Le séchage sous pression réduite (méthode 2) peut s'effectuer à 100 °C ou à 73 °C. La température 73 °C doit être choisie en cas de présence de substance instables à la température de 100 °C.

## 2 DÉFINITION

Dans le cadre de la présente Norme Internationale, la définition suivante est applicable :

**humidité de l'amidon et de la fécula** : Perte de masse qu'ils subissent dans les conditions spécifiées de l'essai.

## 3 ÉCHANTILLON POUR LABORATOIRE

L'échantillon pour laboratoire doit être reçu dans un récipient étanche à l'air et à l'humidité. Après prélèvement des prises d'essais, le reste de l'échantillon doit être conservé dans le même récipient en vue d'essais ultérieurs, si nécessaire.

## 4 MÉTHODE 1 : SÉCHAGE À L'ÉTUVE À 130 °C À LA PRESSION ATMOSPHÉRIQUE

### 4.1 Principe

Séchage de la prise d'essai, à une température de 130 à 133 °C à la pression atmosphérique, durant 1 h 30 min, dans une étuve chauffée électriquement.

### 4.2 Appareillage

#### 4.2.1 Balance analytique.

4.2.2 *Capsule* en métal (non attaquant par l'amidon et la fécula dans les conditions de l'essai), par exemple en aluminium, munie d'un couvercle bien ajusté; sa surface utile doit permettre d'obtenir une répartition de la prise d'essai d'au maximum 0,3 g/cm<sup>2</sup>. Un diamètre de 55 à 65 mm, une hauteur de 15 à 30 mm et une épaisseur de paroi de 0,5 mm sont des dimensions appropriées.

4.2.3 *Étuve isotherme* à chauffage électrique, possédant une circulation d'air appropriée, bien ventilée, et réglée de telle façon que la température de l'air et des plateaux porte-échantillons, au voisinage des échantillons, soit comprise entre 130 et 133 °C en régime normal. L'étuve doit avoir une capacité calorifique telle que, réglée préalablement à une température de 131 °C, elle puisse atteindre à nouveau cette température moins de 30 minutes après la mise en place du nombre maximal de prises d'essai pouvant sécher simultanément.

4.2.4 *Dessiccateur*, muni d'une plaque métallique épaisse, perforée, permettant un refroidissement rapide des capsules, et contenant un déshydratant efficace.

### 4.3 Mode opératoire

Effectuer les pesées à 0,001 g près.

#### 4.3.1 *Prise d'essai*

Peser la capsule (4.2.2) et son couvercle, après séchage à 130 °C et refroidissement dans le dessiccateur (4.2.4). Y transvaser  $5 \pm 0,25$  g de l'échantillon bien mélangé qui doit être exempt de matière dure et grumeleuse, en exposant l'ensemble le moins possible à l'atmosphère. Replacer le couvercle et peser immédiatement, pour déterminer la masse de la prise d'essai. Répartir celle-ci en une couche mince uniforme sur le fond de la capsule.

4.3.2 Détermination

Placer la capsule ouverte, contenant la prise d'essai, dans l'étuve (4.2.3) chauffée préalablement à 130 °C, en laissant le couvercle à côté d'elle, et sécher à une température de 130 à 133 °C durant 1 h 30 min, temps compté à partir du moment où la température de l'étuve a atteint à nouveau 130 °C.

Placer ensuite rapidement le couvercle sur la capsule, et transférer la capsule fermée dans le dessiccateur.

NOTE – Ne jamais superposer les capsules dans le dessiccateur.

Laisser refroidir la prise d'essai dans le dessiccateur (4.2.4) durant 30 à 45 min, à la température ambiante.

Dès que la capsule est refroidie à la température ambiante, la peser dans les 2 min suivant sa sortie du dessiccateur.

Effectuer au moins deux déterminations sur le même échantillon pour laboratoire, bien homogénéisé.

4.4 Expression des résultats

4.4.1 Mode de calcul

L'humidité, exprimée en pourcentage en masse, est égale à

$$(m_1 - m_2) \times \frac{100}{m_1 - m_0}$$

où

$m_0$  est la masse, en grammes, de la capsule vide et du couvercle séchés;

$m_1$  est la masse, en grammes, de la capsule, de la prise d'essai et du couvercle avant séchage;

$m_2$  est la masse, en grammes, de la capsule, de la prise d'essai et du couvercle après séchage.

Prendre comme résultat la moyenne arithmétique des deux déterminations effectuées, si les conditions de répétabilité sont remplies.

Noter le résultat avec une décimale.

4.4.2 Répétabilité

Les résultats de deux déterminations, effectuées simultanément ou rapidement l'une après l'autre, par le même analyste, ne doivent pas différer de plus de 0,2 g pour 100 g de produit.

Si cette condition n'est pas remplie, effectuer à nouveau la détermination en double, après s'être assuré que l'échantillon initial est bien mélangé<sup>1)</sup>.

Pour le calcul, utiliser seulement les résultats en double qui ne diffèrent pas de plus de 0,2 % en valeur absolue.

5 MÉTHODE 2 : SÉCHAGE À 100 °C OU 73 °C SOUS PRESSION RÉDUITE

5.1 Principe

Séchage de la prise d'essai, à une température de 100 ou 73 °C et sous une pression de 20 ± 7 mbar<sup>2)</sup> jusqu'à masse constante, dans une étuve électrique ou un tube à dessiccation en verre, en présence de pentoxyde de phosphore.

5.2 Appareillage

5.2.1 Balance analytique

5.2.2 Appareil permettant de maintenir la pression à 20 ± 7 mbar.

5.2.3 Manomètre à mercure pour vérifier la stabilité de la pression réduite.

et, pour le mode opératoire A (voir 5.3) :

5.2.4 Capsule en métal (non attaquable par l'amidon ou la féculé dans les conditions de l'essai), par exemple en aluminium, munie d'un couvercle bien ajusté; sa surface utile doit permettre d'obtenir une répartition de la prise d'essai d'au maximum 0,3 g/cm<sup>2</sup>. Un diamètre de 55 à 65 mm, une hauteur de 15 à 30 mm et une épaisseur de paroi de 0,5 mm sont des dimensions appropriées.

5.2.5 Étuve à chauffage électrique, permettant d'opérer sous pression réduite, munie d'un thermostat et réglée à 100 ± 2 °C ou à 73 ± 2 °C.

5.2.6 Dispositif de séchage, destiné au séchage de l'air introduit dans l'étuve à la fin de la période de pression réduite, comprenant dans l'ordre suivant :

- a) un flacon laveur à acide sulfurique ( $\rho_{20}$  1,83 g/ml);
- b) une fiole de sécurité;
- c) une colonne desséchante remplie de gel de silice.

5.2.7 Dessiccateur, muni d'une plaque métallique épaisse, perforée, permettant un refroidissement rapide des capsules, et contenant un déshydratant efficace

et, pour le mode opératoire B (voir 5.4) :

5.2.8 Capsule<sup>3)</sup> en métal (non attaquable par l'amidon ou la féculé dans les conditions de l'essai), munie d'un couvercle bien ajusté; sa surface utile doit permettre d'obtenir une répartition de la prise d'essai d'au maximum 0,3 g/cm<sup>2</sup>.

1) Si nécessaire, les deux nouveaux essais doivent être effectués un autre jour par un autre analyste, ou dans une autre étuve.  
 2) Soit environ de 10 à 20 mmHg.  
 3) Voir Annexe, Figure 1.

**5.2.9 Nacelle** en verre ou en porcelaine.

**5.2.10 Tube à dessiccation** en verre<sup>1)</sup>, fermé à une extrémité et possédant à l'autre un bouchon rodé portant une tubulure semi-capillaire destinée à faire le vide, munie d'un robinet à vide. L'échantillon peut y refroidir après séchage, ce qui permet d'éliminer le dessiccateur.

**5.2.11 Etuve isotherme** à chauffage électrique, ou tout autre système permettant de porter la partie du tube à dessiccation contenant la capsule (5.2.8) à la température de  $100 \pm 2$  °C ou  $73 \pm 2$  °C.

**5.2.12 Système dessécheur d'air**, se composant d'un flacon laveur à acide sulfurique ( $\rho_{20}$  1,83 g/ml) relié à un tube contenant du pentoxyde de phosphore de qualité analytique réparti sur de la fibre de verre.

**5.3 Mode opératoire A** (avec étuve opérant sous pression réduite).

Effectuer les pesées à 0,000 2 g près.

**5.3.1 Prise d'essai**

Peser la capsule (5.2.4) et son couvercle après séchage à 100 °C ou 73 °C, sous une pression de  $20 \pm 7$  mbar et refroidissement dans le dessiccateur (5.2.7). Y transvaser environ 5 g de l'échantillon bien mélangé, en exposant l'ensemble le moins possible à l'atmosphère. Replacer le couvercle et peser immédiatement pour déterminer la masse de la prise d'essai. Répartir celle-ci en une couche mince uniforme sur le fond de la capsule.

**5.3.2 Détermination**

Placer la capsule ouverte (5.2.4) contenant la prise d'essai, avec une boîte de Petri remplie de pentoxyde de phosphore de qualité analytique, dans l'étuve (5.2.5) chauffée préalablement à 100 °C ou 73 °C. Laisser le couvercle à côté de la capsule (5.2.4). Fermer la porte de l'étuve et réduire la pression jusqu'à  $20 \pm 7$  mbar. Sécher durant 4 h à  $100 \pm 2$  °C, temps compté à partir du moment où le thermomètre a de nouveau atteint la température de séchage de  $100 \pm 2$  °C, ou durant 24 h environ à  $73 \pm 2$  °C, en maintenant la pression réduite spécifiée. Fermer ensuite le dispositif de mise sous pression réduite, et laisser l'étuve se remplir lentement avec l'air ayant passé préalablement à travers le dispositif de séchage (5.2.6). Placer rapidement le couvercle sur la capsule, et transférer l'ensemble dans le dessiccateur (5.2.7).

NOTE — Ne jamais superposer les capsules dans le dessiccateur.

Laisser refroidir la prise d'essai dans le dessiccateur durant 30 à 45 min à la température ambiante.

Dès que la capsule est refroidie à la température ambiante, la peser dans les 2 min qui suivent sa sortie du dessiccateur.

Après pesée, sécher à nouveau la prise d'essai durant au moins 30 min si l'on opère à 100 °C, ou durant 8 h environ si l'on opère à 73 °C; laisser refroidir à la température ambiante et peser à nouveau. Si la différence de masse n'excède pas 0,001 g, le séchage peut être considéré comme complet; si la différence de masse est supérieure, le séchage doit être répété jusqu'à ce que la différence entre deux pesées successives soit inférieure à 0,001 g.

Effectuer au moins deux déterminations sur le même échantillon pour laboratoire, bien homogénéisé.

**5.4 Mode opératoire B** (avec tube à dessiccation en verre)

Effectuer les pesées à 0,000 2 g près.

**5.4.1 Prise d'essai**

Peser la capsule (5.2.8) et son couvercle, après séchage dans le tube à dessiccation (5.2.10) à 100 °C ou à 73 °C sous une pression de  $20 \pm 7$  mbar et refroidissement jusqu'à la température ambiante dans le tube à dessiccation. Y transvaser environ 3 g de l'échantillon bien mélangé en exposant l'ensemble le moins possible à l'atmosphère. Replacer le couvercle et peser immédiatement pour déterminer la masse de la prise d'essai. Répartir celle-ci en couche mince uniforme sur le fond de la capsule.

**5.4.2 Détermination**

Placer la capsule ouverte (5.2.8), contenant la prise d'essai, au fond du tube à dessiccation (5.2.10); introduire, à proximité de la capsule, une nacelle (5.2.9) contenant du pentoxyde de phosphore, de qualité analytique, sur une épaisseur d'environ 1 cm. Boucher, puis ramener la pression dans l'enceinte à une valeur de  $20 \pm 7$  mbar, progressivement (par exemple, par l'intermédiaire d'un tube semi-capillaire) afin d'éviter des projections de matière hors de la capsule (5.2.8). Couper la communication avec l'appareil à faire le vide. Placer la partie du tube à dessiccation (5.2.10) contenant la capsule dans l'étuve préalablement chauffée à 100 °C ou 73 °C.

Dès que le pentoxyde de phosphore est pris en masse, le renouveler après avoir rétabli la pression atmosphérique à l'intérieur du tube à dessiccation (5.2.10) en laissant entrer lentement, à l'aide d'un tube capillaire, l'air ayant traversé le système dessécheur. Reboucher le tube à dessiccation et poursuivre le séchage sous pression réduite à 100 °C ou 73 °C en opérant comme précédemment.

Après 4 h à 100 °C, ou 24 h environ à 73 °C, retirer le tube de l'étuve, laisser refroidir jusqu'à la température ambiante, et rétablir à l'intérieur la pression atmosphérique en suivant les indications précédentes. En opérant rapidement, retirer la capsule, la couvrir et la peser.

1) Voir Annexe, Figure 2.

Poursuivre la déshydratation jusqu'à masse constante (moins de 0,000 5 g d'écart entre deux pesées séparées par un séjour supplémentaire à l'étuve d'au moins 30 min, si l'on opère à 100 °C, ou de 8 h environ, si l'on opère à 73 °C).

Effectuer deux déterminations sur le même échantillon pour laboratoire bien homogénéisé.

NOTE — Renouveler le pentoxyde de phosphore dès qu'il se prend en masse en surface.

## 5.5 Expression des résultats

### 5.5.1 Mode de calcul

L'humidité, exprimée en pourcentage en masse est égale à

$$(m_1 - m_2) \times \frac{100}{m_1 - m_0}$$

où

$m_0$  est la masse, en grammes, de la capsule vide et du couvercle séchés;

$m_1$  est la masse, en grammes, de la capsule, de la prise d'essai et du couvercle avant séchage;

$m_2$  est la masse, en grammes, de la capsule, de la prise d'essai et du couvercle après séchage.

Prendre comme résultat la moyenne arithmétique des deux déterminations effectuées, si les conditions de répétabilité sont remplies.

Noter le résultat à une décimale près.

### 5.5.2 Répétabilité

Les résultats de deux déterminations, effectuées simultanément ou rapidement l'une après l'autre, par le même analyste, ne doivent pas différer de plus de 0,2 g pour 100 g de produit.

Si cette condition n'est pas remplie, effectuer à nouveau la détermination en double, après s'être assuré que l'échantillon initial est bien mélangé<sup>1)</sup>.

Pour le calcul, utiliser seulement les résultats en double qui ne diffèrent pas de plus de 0,2 % en valeur absolue.

## 5.6 Note sur le mode opératoire

Lorsqu'on opère à 73 °C, quel que soit le mode opératoire (A ou B) suivi, la durée de séchage prescrite, 24 h, comprend une grande marge de sécurité. En fait, la masse constante est généralement obtenue après 8 h.

## 6 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 d'essai doit donner tous les renseignements nécessaires à l'identification complète de l'échantillon.

1) Si nécessaire, les deux nouveaux essais doivent être effectués un autre jour par un autre analyste, ou dans une autre étuve.

## ANNEXE

## CAPSULE ET TUBE À DESSICCATION

## A.1 CAPSULE POUR LA PRISE D'ESSAI

La capsule en métal, schématisée à la Figure 1, a un fond plat, de 16 cm<sup>2</sup>, de surface utile, et une hauteur intérieure de 14 mm. Elle peut être utilisée avec le tube à dessiccation indiqué à la Figure 2.

Dimensions en millimètres

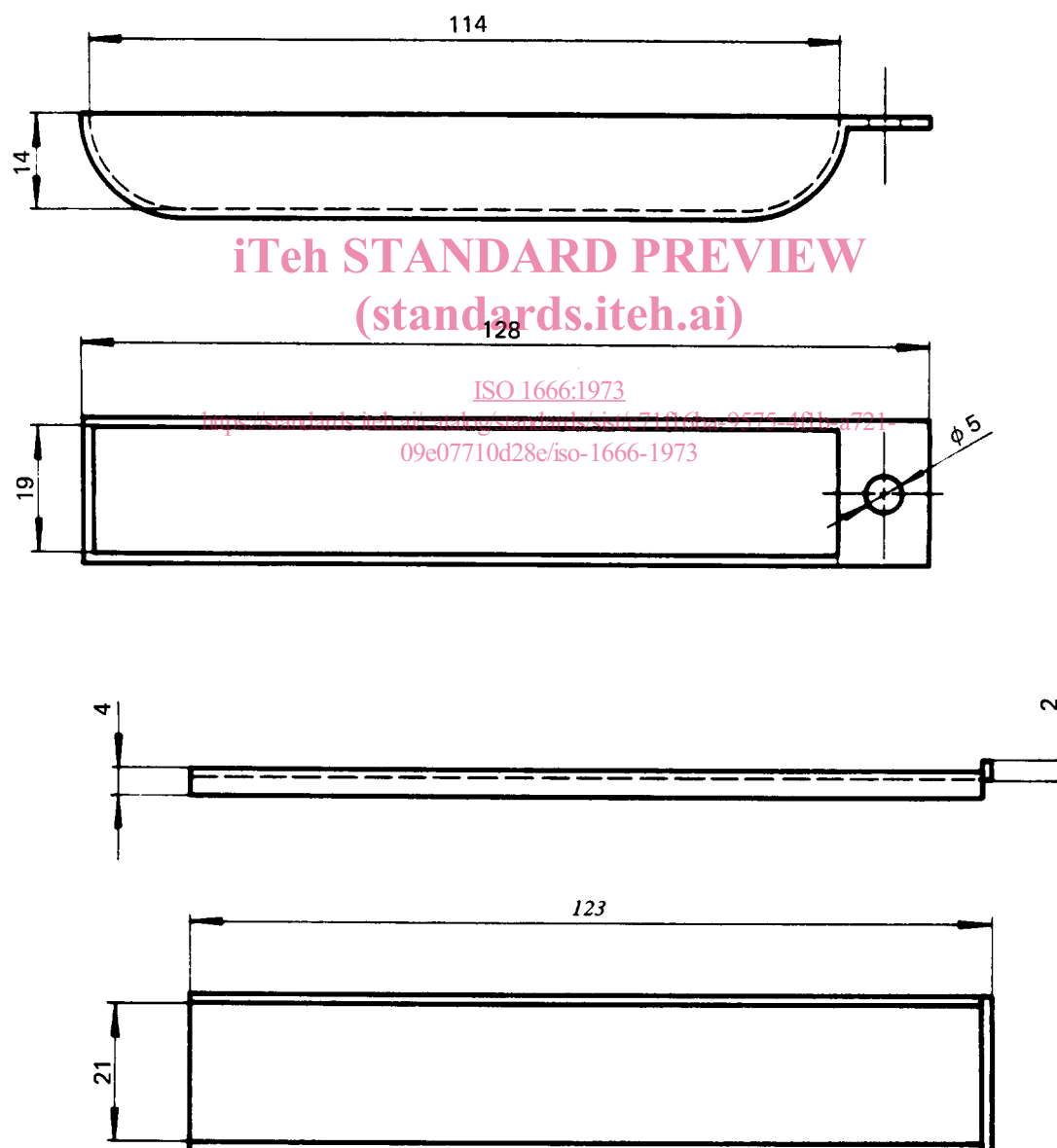
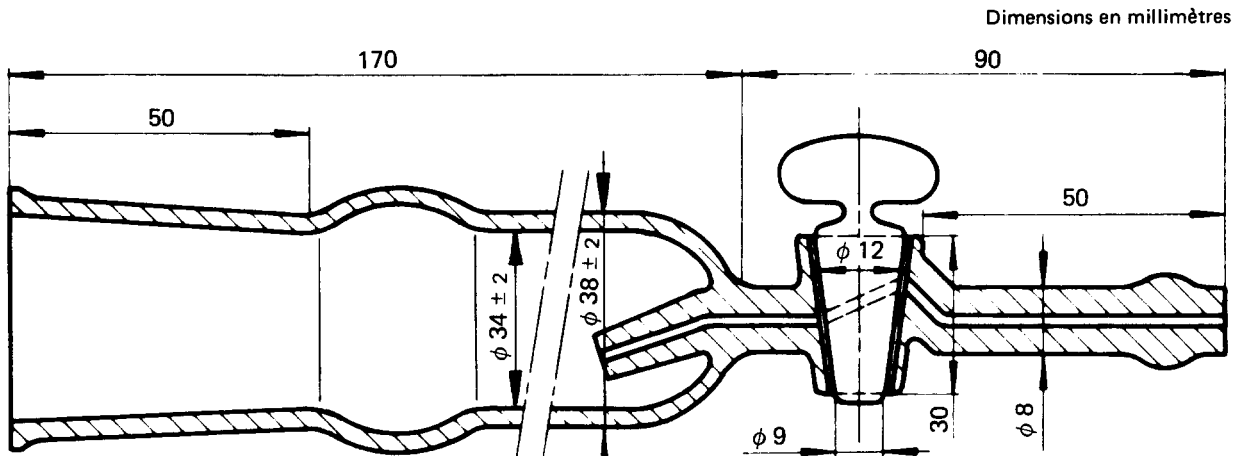


FIGURE 1 – Schéma d'une capsule en métal (seulement à titre indicatif)

A.2 TUBE À DESSICCATION

Le tube à dessiccation schématisé à la Figure 2 présente un rodage 40/50 (40 mm de diamètre, 50 mm de longueur de la partie rodée). Il permet l'utilisation du vase à prélèvement représenté à la Figure 1. L'olive suivant le robinet peut être remplacée par un rodage.



iTeH STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)  
Robinet à passage oblique de 2 mm

ISO 1666:1973

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c71f16ba-9575-4f1b-a721-09e07710d28e/iso-1666-1973>

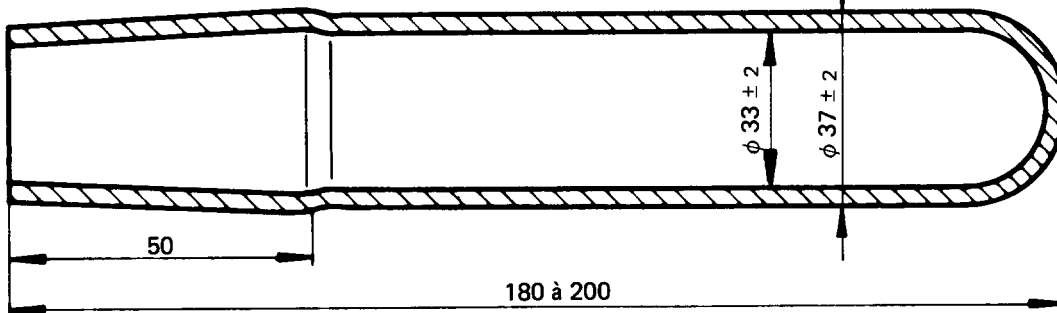


FIGURE 2 – Schéma d'un tube à dessiccation (seulement à titre indicatif)