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

Partie 2:

**Méthode spectrophotométrique de
routine sans mode opératoire de
dégraissage et avec étalonnage à l'aide
d'étalons de riz**

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Rice — Determination of amylose content —

*Part 2: Spectrophotometric routine method without defatting
procedure and with calibration from rice standards*
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sis/8d34-521-5f90-e449e-aad6-dc7edf10ac38/iso-6647-2-2020>

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 6647-2:2020

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8d34c521-5f90-449e-aad6-dc7edf10ac38/iso-6647-2-2020>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2020

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, 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, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office

Case postale 401 • Ch. de Blandonnet 8

CH-1214 Vernier, Genève

Tél.: +41 22 749 01 11

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	2
7 Échantillonnage	3
8 Mode opératoire	3
8.1 Détermination de l'humidité.....	3
8.2 Préparation de l'échantillon pour essai.....	3
8.3 Prise d'essai et préparation de la solution d'essai.....	3
8.4 Préparation de la solution à blanc.....	4
8.5 Élaboration de la courbe d'étalonnage.....	4
8.5.1 Préparation du jeu de solutions d'étalonnage.....	4
8.5.2 Développement de la couleur et mesurages spectrophotométriques.....	4
8.5.3 Tracé de la courbe d'étalonnage.....	4
8.6 Détermination.....	4
9 Expression des résultats	5
10 Fidélité	5
10.1 Essai interlaboratoires.....	5
10.2 Répétabilité.....	5
10.3 Reproductibilité.....	5
11 Rapport d'essai	6
Annexe A (informative) Résultats d'un essai interlaboratoires pour la méthode de routine	7
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 (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier, de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

L'attention est attirée 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. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la nature volontaire des normes, la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir www.iso.org/avant-propos.

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 34, *Produits alimentaires*, sous-comité SC 4, *Céréales et légumineuses*, en collaboration avec le comité technique CEN/TC 338, *Céréales et produits céréaliers*, du Comité européen de normalisation (CEN), conformément à l'Accord de coopération technique entre l'ISO et le CEN (Accord de Vienne).

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 6647-2:2015), qui a fait l'objet d'une révision technique. Les principales modifications par rapport à l'édition précédente sont les suivantes:

- Les jeux de solutions d'étalonnage dans l'ISO 6647-2:2015 étaient constitués par d'échantillons de riz analysés par chromatographie par exclusion stérique. Dans le présent document, les jeux de solutions d'étalonnage sont constitués d'échantillons de riz analysés par un spectrophotomètre UV-VIS, sans délipidation.

Une liste de toutes les parties de la série ISO 6647 se trouve sur le site web de l'ISO.

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse www.iso.org/fr/members.html.

Riz — Détermination de la teneur en amylose —

Partie 2:

Méthode spectrophotométrique de routine sans mode opératoire de dégraissage et avec étalonnage à l'aide d'étalons de riz

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie deux méthodes de routine simplifiées pour la détermination de la fraction massique d'amylose du riz usiné, non étuvé. La principale différence entre les deux méthodes est le mode opératoire de dispersion: la méthode A spécifie une dispersion à chaud et la méthode B spécifie une dispersion à froid.

Les deux méthodes sont applicables au riz avec une fraction massique d'amylose supérieure à 5 %.

NOTE Ces méthodes décrivent des modes opératoires simplifiés pour la préparation d'échantillons, qui sont fréquemment utilisés en routine par les laboratoires. Les méthodes utilisent les mêmes réactifs que la méthode de référence (voir l'ISO 6647-1) mais omettent l'étape de dégraissage. Les échantillons de riz pour lesquels la fraction massique d'amylose a été déterminée par la méthode de référence sont utilisés comme étalons.

2 Références normatives

Les documents suivants cités dans le texte constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences 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*

ISO 6647-1:2020, *Riz — Détermination de la teneur en amylose — Partie 1: Méthode de référence: Méthode spectrophotométrique avec un mode opératoire de dégraissage au méthanol et des solutions d'étalonnage d'amylose de pomme de terre et d'amylopectine de riz gluant*

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*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et les définitions de l'ISO 6647-1 et l'ISO 7301 s'appliquent.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>

4 Principe

Le riz est broyé jusqu'à l'obtention d'une très fine farine pour rompre la structure de l'endosperme, en vue de faciliter la dispersion complète et la gélatinisation. Une prise d'essai est dispersée dans une solution d'hydroxyde de sodium. Une partie aliquote est prélevée, à laquelle est ajoutée une solution d'iode. L'absorbance à 720 nm du complexe coloré formé est déterminée à l'aide d'un spectrophotomètre.

Des longueurs d'onde de mesure de 620 nm ou 680 nm peuvent également être utilisées.

La fraction massique d'amylose de l'échantillon est ensuite lue sur une courbe d'étalonnage, qui est élaborée en utilisant des échantillons de riz ayant une fraction massique d'amylose connue, déterminée en utilisant la méthode de référence spécifiée ci-dessus.

5 Réactifs

Sauf spécification contraire, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau distillée, déminéralisée ou de pureté équivalente.

5.1 Éthanol, d'une fraction volumique de 95 %.

5.2 Hydroxyde de sodium:

a) Solution à 1 mol/l, pour la méthode A.

b) Solution à 2 mol/l, pour la méthode B.

5.3 Hydroxyde de sodium pour la solution à blanc:

a) Solution à 0,09 mol/l, pour la méthode A. [ISO 6647-2:2020](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8d34c521-5f90-449e-aad6-6e7edf10ac38/iso-6647-2-2020)

b) Solution à 0,18 mol/l, pour la méthode B. <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8d34c521-5f90-449e-aad6-6e7edf10ac38/iso-6647-2-2020>

5.4 Acide acétique, solution à 1 mol/l.

5.5 Solution d'iode.

Peser (6.8), à 5 mg près, 2,000 g d'iodure de potassium dans un flacon à tare équipé d'un bouchon. Ajouter de l'eau en quantité suffisante pour obtenir une solution saturée. Ajouter 0,200 g d'iode, à 1 mg près. Transférer la solution quantitativement dans une fiole jaugée de 100 ml (6.4) une fois l'iode entièrement dissous, puis compléter au volume avec de l'eau, et mélanger.

Préparer une nouvelle solution chaque jour avant analyse et la maintenir à l'abri de la lumière.

6 Appareillage

Matériel courant de laboratoire et, en particulier, ce qui suit.

6.1 Broyeur, permettant de réduire le riz usiné non cuit en farine qui passera à travers un tamis ayant une ouverture de maille de 150 µm à 180 µm (100 mesh à 80 mesh). Il est recommandé d'utiliser un filtre cyclone avec un tamis de 0,5 mm.

6.2 Tamis, ayant une ouverture de maille de 150 µm à 180 µm (100 mesh à 80 mesh).

6.3 Spectrophotomètre, muni de cellules appropriées, ayant généralement un trajet optique égal à 1 cm, permettant de mesurer l'absorbance à 720 nm (ou à 620 nm ou 680 nm).

6.4 Fioles jaugées, 100 ml.

6.5 Bain d'eau bouillante, pour la méthode A uniquement.

6.6 Agitateur magnétique, permettant une agitation entre 950 r/min et 1 000 r/min, pour la méthode B uniquement.

6.7 Fioles coniques, 100 ml.

6.8 Balance analytique, pouvant peser à 0,000 1 g près.

6.9 Pipettes, ayant une contenance de 1 ml, 2 ml, 5 ml et 10 ml.

7 Échantillonnage

Il convient qu'un échantillon représentatif ait été envoyé au laboratoire. Il convient qu'il n'ait été ni endommagé ni modifié au cours du transport ou du stockage.

L'échantillonnage ne fait pas partie de la méthode spécifiée dans le présent document. Une méthode d'échantillonnage recommandée est indiquée dans l'ISO 24333.

8 Mode opératoire

8.1 Détermination de l'humidité

Sur une prise séparée de l'échantillon de laboratoire et sur les échantillons étalons, réaliser une détermination de l'humidité conformément à l'ISO 712.

8.2 Préparation de l'échantillon pour essai

À l'aide du broyeur (6.1), broyer au moins 4 g de riz usiné jusqu'à l'obtention d'une farine pouvant passer à travers le tamis (6.2).

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

8.3.1 Peser (6.8) 100 mg \pm 0,5 mg d'échantillon pour essai (voir 8.2) dans une fiole conique de 100 ml (6.7). À l'aide d'une pipette, ajouter avec précaution 1 ml d'éthanol (5.1) à cette prise d'essai, en veillant à rincer les éventuelles fractions de la prise d'essai qui adhèrent aux parois de la fiole. Remuer légèrement afin de mouiller entièrement l'échantillon.

8.3.2 Méthode A

À l'aide d'une pipette (6.9), introduire 9,0 ml de solution d'hydroxyde de sodium [5.2 a)] dans la fiole conique et mélanger. Chauffer ensuite le mélange dans un bain d'eau bouillante (6.5) pendant 10 min pour disperser l'amidon. Laisser l'échantillon refroidir à la température ambiante et le transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 100 ml (6.4). Compléter au volume avec de l'eau et mélanger vigoureusement.

8.3.3 Méthode B

À l'aide d'une pipette (6.9), introduire 9,0 ml de solution d'hydroxyde de sodium [5.2 b)] dans la fiole conique et mélanger. Agiter le mélange avec un agitateur magnétique (6.6) pendant 10 min pour obtenir la dispersion. Retirer l'agitateur et transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 100 ml (6.4). Compléter au volume avec de l'eau et mélanger vigoureusement.

Il est recommandé de remuer le liquide dans la fiole jaugée avant d'ajouter l'eau et après avoir complété au volume.

8.4 Préparation de la solution à blanc

Préparer une solution à blanc en suivant le même mode opératoire et en utilisant les mêmes quantités de réactifs que pour la détermination, mais en remplaçant la solution d'essai par 5,0 ml de solution d'hydroxyde de sodium [5.3 a) pour la méthode A et 5.3 b) pour la méthode B].

8.5 Élaboration de la courbe d'étalonnage

8.5.1 Préparation du jeu de solutions d'étalonnage

Choisir au moins quatre échantillons de riz avec une distribution de la fraction massique d'amylose dans la plage mesurée. Pour chaque échantillon, s'assurer que la fraction massique d'amylose a été déterminée par la méthode de référence spécifiée dans l'ISO 6647-1 indépendamment, 20 fois.

Autrement, un matériau de référence certifié peut être utilisé. Préparer les solutions d'étalonnage conformément à 8.2 et à 8.3.

8.5.2 Développement de la couleur et mesurages spectrophotométriques

À l'aide d'une pipette (6.9), introduire une partie aliquote de 5,0 ml de chaque solution d'étalonnage dans une série de cinq fioles jaugées (6.4) contenant chacune environ 50 ml d'eau. À l'aide d'une pipette (6.9), introduire 1,0 ml d'acide acétique (5.4) pour la méthode A ou 2,0 ml pour la méthode B, et mélanger. Puis, à l'aide d'une pipette (6.9), introduire 2,0 ml de solution d'iode (5.5), compléter jusqu'au trait avec de l'eau et mélanger. Laisser reposer pendant 10 min.

Mesurer l'absorbance à 720 nm par rapport à celle de la solution à blanc (voir 8.4) à l'aide du spectrophotomètre (6.3). Des longueurs d'onde de mesure de 620 nm ou 680 nm peuvent également être utilisées (voir l'Annexe A).

8.5.3 Tracé de la courbe d'étalonnage

Élaborer une courbe d'étalonnage en représentant l'absorbance en fonction de la fraction massique d'amylose, exprimée en pourcentage, dans le riz usiné par rapport à la matière sèche.

À la place des mesurages spectrophotométriques manuels, un analyseur automatique, par exemple un analyseur par injection de flux, peut être utilisé (voir l'ISO 6647-1:2020, Annexe C).

8.6 Détermination

À l'aide d'une pipette (6.9), introduire une partie aliquote de 5,0 ml de la solution d'essai (voir 8.3) dans une fiole jaugée (6.4) contenant environ 50 ml d'eau et procéder comme indiqué en 8.5.2, en commençant par l'ajout d'acide acétique (5.4).

Mesurer l'absorbance à 720 nm (ou à 620 nm ou 680 nm, voir l'Annexe A) par rapport à celle de la solution à blanc (voir 8.4) à l'aide du spectrophotomètre (6.3).

À la place des mesurages spectrophotométriques manuels, un analyseur automatique, par exemple un analyseur par injection de flux, peut être utilisé (voir l'ISO 6647-1:2020, Annexe C).

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

Si la détermination est réalisée en double, en utilisant deux échantillons préparés indépendamment (voir 8.2), il convient que cela soit consigné dans le rapport d'essai.

9 Expression des résultats

La fraction massique d'amylose, exprimée en pourcentage de matière sèche, doit être obtenue en rapportant l'absorbance (voir 8.6) sur la courbe d'étalonnage (voir 8.5.3) conformément à l'ISO 8466-1.

Prendre comme résultat la moyenne arithmétique des deux déterminations.

Il convient que tout résultat indiqué fasse clairement référence à la méthode utilisée (c'est-à-dire préciser si, pour l'étalonnage, des solutions d'amylose ou des échantillons de riz analysés conformément à l'ISO 6647-1 ont été utilisés).

10 Fidélité

10.1 Essai interlaboratoires

Les détails d'un essai interlaboratoires international relatif à la fidélité de la méthode sont récapitulés à l'Annexe A. Les valeurs obtenues à partir de cet essai peuvent ne pas être applicables à des plages de concentration et à des matrices autres que celles indiquées.

10.2 Répétabilité

La différence absolue entre deux résultats d'essai individuels indépendants obtenus avec la même méthode, sur le même matériau d'essai, dans le même laboratoire et par le même opérateur utilisant le même équipement dans un court intervalle de temps, ne dépassera la limite de répétabilité r_{720} , exprimée en pourcentage en masse, calculée à partir des Formules (1) et (2), que dans 5 % des cas au plus:

Méthode A:

$$r_{720} = 22,47 \times \frac{1}{\bar{w}^{0,66}} \quad \text{ISO 6647-2:2020} \quad (1)$$

standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8d34c521-5f90-449e-aad6-dc7edf10ac38/iso-6647-2-2020

Méthode B:

$$r_{720} = 24,01 \times \frac{1}{\bar{w}^{0,61}} \quad (2)$$

où

\bar{w} est la moyenne des deux résultats de fraction massique, exprimée en grammes par 100 g;

720 est la longueur d'onde, en nanomètres, à laquelle l'absorbance a été mesurée.

10.3 Reproductibilité

La différence absolue entre deux résultats d'essai individuels obtenus avec la même méthode, sur le même matériau d'essai, dans des laboratoires différents, par des opérateurs différents utilisant des équipements différents, ne dépassera la limite de reproductibilité R_{720} , exprimée en pourcentage en masse, calculée à partir des Formules (3) et (4), que dans 5 % des cas au plus: