



African Food Tradition rEvisited by Research
FP7 n°245025

Start date of project: **01/09/2010**
Duration: **45 months**

Deliverable number: Deliverable 1.2.3.1

Title of deliverable: SOPs for Sensory Physical and textural analysis for Group 1

Deliverable type (Report, Prototype, Demonstration, Other): Report

Dissemination level (PU, PP, RE, CO)*: PU

Contractual date of delivery: February 2011

Actual date of delivery: October 2011

Work-package contributing to the deliverable: WP1

Organisation name of lead contractor for this deliverable: CIRAD

Authors: are indicated on the appropriate SOPs.

This document has been send to:

The coordinator by WP Leader	Date: September 2011
To the Commission by the Coordinator	Date: October 2011

* PU: Public; PP: Restricted to other programme participants (including the Commission Services); RE: Restricted to a group specified by the consortium (including the Commission Services); CO: Confidential, only for members of the consortium (including the Commission Services)

Methodology for the development of SOPs for this deliverable.

This deliverable consists of several SOPs. SOPs related to the physical and textural analysis for one Group of product.

The SOP's come from four sources:

1. The literature by searching the analysis method for similar components we want to determine in the African fermented and functional products. In this case several articles are combined according to their precisions.
2. Standards from the international Organization Standardization (ISO) or AACC the International Approved methods. In this case, the method is used like that or after minor modifications. And the modifications are then precised in the document, with the ISO or AACC joined in the annex. To be in agreement with intellectual property rules the project coordination purchased and distributed to partners all the standards referenced in SOP
3. The SOP's can come from the laboratory that developed the methods for the specific analysis.
4. Case of the kit enzymatic method developed by the vendors of the kit materials.

After writing, the SOP's are approved by the Work Package Leader (WPL) related to the group of product concerned (Group 1: WP2; Group 2: WP3; Group 3: WP4).

The WPL is in charge to send the SOP's to the concerned partners for validation. Each partner, according to his laboratory facilities, validates the method and informs one of the following alternatives in his laboratory:

- R - The laboratory makes the analysis in routine (= R codification in the table joined)
- P - The laboratory is able to make this analysis (= possible P)
- B - The laboratory can make the analysis after buying equipment (= B)
- I - The laboratory can't make the analysis (I= impossible or sub-contracting).

The WPL decides the end of the validation step. He accepts the final SOP version. He completes the table with the last revision date.

METHODS OF ANALYSIS

(R=routine; P=possible ; B=After buying equipment ;
 blank=impossible or sub-contracting)

Characteristic type	Character	Akpan	Gowé	Kishk	Kenkey	CIRAD	UAC	FRI	NRC	FAAU	Method	Principle	Source	SOP/fr	SOP/en
Deliverable 1.2.3.1 Sensory Physical and textural analysis															
Physical characteristics	particle size (dry material)	*	*	*	*	R	R	R	P	R	AACC	This method determines relative hardness in wheat through establishing the particle size index (PSI) after grinding and sieving.	Size 55-30-01.pdf		
Physical characteristics	particle size (wet material)	*	*	*	*	R	R	R			FRI	Wet sieving			Phys-cere-004-en.pdf Phys-cere-001-en.doc
Physical characteristics	degree of gelatinization	*	*	*	*	R	R	R	P		CIRAD	Differential scanning calorimetry		Phys-Cere-003-fr.pdf	Phys-Cere-003-en.pdf
Physical characteristics	degree of gelatinization	*	*	*	*	P	R	R	R	R	FRI	Blue value with iodine	Birch Priestly 1973.pdf	UAC	
Organoleptic properties	Aroma compound	*	*	*	*	R		R*			CIRAD	SPME/ Gas chromatography		CIRAD & FRI	
Organoleptic properties	texture	*	*	*	*	P	P	R				Amylograph method	viscosityNF-V03-749.pdf	UAC	
Organoleptic properties	texture	*	*	*	*	R	R	R				Texture analysis		FRI	
Organoleptic properties	colour parameters	*	*	*	*	R	P	R	R	P	AACC	This method describes a procedure for expressing the color of pasta long goods with a reflectance colorimeter, in terms of relative brightness and yellowness, or a single-valued color score.	colour1.pdf	NRC	Attente application Minolta:

Particle Size Index for Wheat Hardness

First approval September 25, 1985; Reapproval November 3, 1999

Objective

Wheat kernel texture has important implications for milling quality and for parameters such as damaged starch, water absorption, and gas production. This method determines relative hardness in all kinds of wheat through establishing the particle size index (PSI) by grinding and sieving. Data obtained on sieving is converted to relative hardness through use of a table.

Apparatus

1. Laboratory mill, fitted with no. 2 (fine) burr and revolving at 3500 ± 100 rpm.
2. Wire screen, brass or stainless steel, U.S. Standard, No. 75 (new number) or No. 200 (old number), with $75 \mu\text{m}$ opening and fitted with lid and bottom pan.
3. Sieve shaker, percussion.
4. Balance, electronic single-pan, with 0.01-g precision and readability or equivalent.
5. Brush, camel-hair.
6. Scoop, weighing, minimum 10-g capacity.
7. Vacuum cleaner.

Procedure

Preparation of sample

Wheat should be well blended. Clean sample before testing. Foreign material is material other than wheat. Moisture content must be between 11 and 13%. Wheat of $\geq 14\%$ moisture should not be tested by PSI without preliminary air-drying to 11–13% range.

Method

Adjust mill to its finest setting, i.e., burrs are barely touching each other. Grind 22–23 g of well-blended wheat. Brush all fine material adhering to burrs into sample-receiving vessel and mix thoroughly. Tare bottom receiving pan. Weigh approximately 10 g of meal. Record sample weight to nearest 0.01 g. Transfer it to U.S. No. 75 sieve, to which pan has been fitted. Add about 50 g whole wheat kernels or six plastic or rubber sieve cleaners; cover and sieve for exactly 10 min on sieve shaker with percussion. One to six sieves and pans can be sieved simultaneously. Brush any fines adhering to bottom of sieve into bottom receiving pan and reweigh to obtain weight of throughs (*W*). Record weight to nearest 0.01 g.

Calculation

$$\text{PSI \%} = (W/\text{Sample weight}) \times 100$$

TABLE I
Relative Hardness Scale

Category	PSI %
Extra hard	Up to 7
Very hard	8–12
Hard	13–16
Medium hard	17–20
Medium soft	21–25
Soft	26–30
Very soft	31–35
Extra soft	Over 35

Particle Size Index for Wheat Hardness (continued)

Relative hardness is typical of data in Table I. Hard wheats give lower values, soft wheats higher values.

Reference

Williams, P. C., and Sobering, D. C. 1986. Attempts at standardization of hardness testing of wheat.
I. The grinding/sieving (particle size index) method. *Cereal Foods World* 31:359.



**African Food Tradition rEvisited by
Research**
FP7 n°245025



Deliverable D.1.2.3.1: SOP for sensory: Physical and Textural analysis for Group 1

Procedure for Particle Size Analysis in cereal fermented food

SOP: Phys-Cere-004-en

Date: **07/09/2011**

Release: **1**

Written by : Zahra AHMED

For information on this SOP please contact :

- Zahra AHMED (zahra3010@hotmail.com) / NRC-Egypt.
- Christian MESTRES (christian.mestres@cirad.fr) / WP2 Leader
-

This document has been approved by :

Partner	Name of the person who approved	Date DD/MM/YY
CIRAD	Christian MESTRES	07/09/2011
UAC	Noël AKISSOE	07/09/2011
CSIR		
FAAU	Sameh Awad	07/09/2011
ESB		
FRI		
NRC	Zahra Ahmed	07/09/2011

Procedure for Particle Size Analysis in cereal fermented food

SOP: Phys-Cere-004-en

Date: 07/09/2011

Release: 1

Table of contents

1	Scope and application	3
2	References	3
3	Definitions	3
4	Principle	3
5	Reagents	3
6	Apparatus	3
7	Procedure	4
8	Expression of results	4
8.1	Method of calculation and formulae	4
8.2	Repeatability	5
9	Critical points or Note on the procedure	5
10	Test report	5
11	Revision record	5
12	Appendix	5

Procedure for Particle Size Analysis in cereal fermented food

SOP: Phys-Cere-004-en

Date: 07/09/2011

Release: 1

1 SCOPE AND APPLICATION

The method describes the measurement of the Particle Size by sieving. It is applicable to dry meals.

2 REFERENCES

AACC International Method 55-30.01

3 DEFINITIONS

Particle size analysis is a process in which the proportion of fractions of each size in a given meal is determined.

The overs is the part of material remaining on top of a sieve.

4 PRINCIPLE

A portion of meal is sieved for a fixed time to pass through several sieves. The sieves are weighed and the proportion of overs is calculated for each sieve.

5 REAGENTS

6 APPARATUS

- ✓ Wire screens, brass or stainless steel, with 75 µm to 2 mm openings fitted with lid and bottom pan.
- ✓ Sieve shaker, percussion.
- ✓ Balance, electronic single-pan, with 0.01-g precision and readability or equivalent.
- ✓ Brush, camel-hair.

Procedure for Particle Size Analysis in cereal fermented food

SOP: Phys-Cere-004-en

Date: 07/09/2011

Release: 1

7 PROCEDURE

- Tare screens and bottom receiving pan.
- Pile up sieves (max 6) from the coarsest to finest one
- Weigh 30 g of meal and transfer it on the first sieve.
- Add six plastic or rubber sieve cleaners on each sieve; cover and sieve for exactly 15 min on sieve shaker with percussion.
- Brush any fines adhering to bottom of sieve into bottom receiving pan and reweigh to obtain weight of overs. Record weight to nearest 0.01 g

8 EXPRESSION OF RESULTS

8.1 Method of calculation and formulae

For each sieve calculate the percentage of overs:

$$\text{Overs} = \frac{W2 - W1}{\text{Sample Weight}} * 100$$

Where W2, is the weight of the sieve plus overs and W1, is the weight of the empty sieve

One can also calculate cumulative overs, beginning from the coarsest:

$$\text{Cumulative overs (sieve l)} = \sum_{\text{Sieve 1}}^{\text{Sieve l}} \text{Overs}$$

Cumulative overs yield from all sieves and of the final residue passing through the finest sieve should be close to 100%.

Procedure for Particle Size Analysis in cereal fermented food

SOP: Phys-Cere-004-en

Date: 07/09/2011

Release: 1

8.2 Repeatability

9 CRITICAL POINTS OR NOTE ON THE PROCEDURE

- Sieves should be kept clean and dry at all times. The sieve openings should be brushed from the **underside only** with a gentle circular motion. Vigorous brushing will distort the sieve openings and reduce the effective life of the sieve.

10 TEST REPORT

The test report shall indicate the method used and the results obtained. In addition, it shall mention all operating conditions not specified in the international procedure, or regarded as optional, as well as any circumstances that may have influenced the results.

The test report shall include all details necessary for the complete identification for the sample.

11 REVISION RECORD

Date	Responsible person	Description of change

12 APPENDIX

AACC International Method 55-30.01

Particle Size Index for Wheat Hardness

First approval September 25, 1985; Reapproval November 3, 1999

Objective

Wheat kernel texture has important implications for milling quality and for parameters such as damaged starch, water absorption, and gas production. This method determines relative hardness in all kinds of wheat through establishing the particle size index (PSI) by grinding and sieving. Data obtained on sieving is converted to relative hardness through use of a table.

Apparatus

1. Laboratory mill, fitted with no. 2 (fine) burr and revolving at 3500 ± 100 rpm.
2. Wire screen, brass or stainless steel, U.S. Standard, No. 75 (new number) or No. 200 (old number), with $75 \mu\text{m}$ opening and fitted with lid and bottom pan.
3. Sieve shaker, percussion.
4. Balance, electronic single-pan, with 0.01-g precision and readability or equivalent.
5. Brush, camel-hair.
6. Scoop, weighing, minimum 10-g capacity.
7. Vacuum cleaner.

Procedure

Preparation of sample

Wheat should be well blended. Clean sample before testing. Foreign material is material other than wheat. Moisture content must be between 11 and 13%. Wheat of $\geq 14\%$ moisture should not be tested by PSI without preliminary air-drying to 11–13% range.

Method

Adjust mill to its finest setting, i.e., burrs are barely touching each other. Grind 22–23 g of well-blended wheat. Brush all fine material adhering to burrs into sample-receiving vessel and mix thoroughly. Tare bottom receiving pan. Weigh approximately 10 g of meal. Record sample weight to nearest 0.01 g. Transfer it to U.S. No. 75 sieve, to which pan has been fitted. Add about 50 g whole wheat kernels or six plastic or rubber sieve cleaners; cover and sieve for exactly 10 min on sieve shaker with percussion. One to six sieves and pans can be sieved simultaneously. Brush any fines adhering to bottom of sieve into bottom receiving pan and reweigh to obtain weight of throughs (*W*). Record weight to nearest 0.01 g.

Calculation

$$\text{PSI \%} = (W/\text{Sample weight}) \times 100$$

TABLE I
Relative Hardness Scale

Category	PSI %
Extra hard	Up to 7
Very hard	8–12
Hard	13–16
Medium hard	17–20
Medium soft	21–25
Soft	26–30
Very soft	31–35
Extra soft	Over 35

Particle Size Index for Wheat Hardness (continued)

Relative hardness is typical of data in Table I. Hard wheats give lower values, soft wheats higher values.

Reference

Williams, P. C., and Sobering, D. C. 1986. Attempts at standardization of hardness testing of wheat.
I. The grinding/sieving (particle size index) method. *Cereal Foods World* 31:359.



**African Food Tradition rEvisited by
Research**
FP7 n°245025



Deliverable D.1.2.3.8: SOP for Chemical analysis for Group 1

Determination of Particle size (wet material) in cereal fermented foods

SOP: Phys-Cere-001-en

Date : **05/10/2011**

Release:**1**

Written by : Charlotte Oduro-Yeboah and Wisdom Amoa-Awua

For information on this SOP please contact :

- Wisdom Amoa-Awua (wis.amoa@gmail.com)
- ...
-

This document has been approved by :

Partner	Name of the person who approved	Date DD/MM/YY
CIRAD UAC CSIR FAAU ESB FRI NRC	Christian MESTRES	05/10/2011

Table of contents

1	Scope and application	3
2	References	3
3	Définitions	3
4	Principle	3
5	Reagents	3
6	Apparatus	3
7	Procedure	3
8	Expression of résultats	4
8.1	Method of calculation and formulae	4
8.2	Repeatability	5
9	Critical points or Note on the procedure	5
10	Test report	5
11	Revision record	5
12	Appendix	5

Determination of Particle size (wet material) in cereal fermented foods

SOP Number: **Phys-Cere-001-en**

Date : **05/10/2011**

Release: **1**

1 SCOPE AND APPLICATION

This document specifies a routine reference method for the determination of particle size of wet material content of cereals and cereal products. It is applicable to the following products: maize, wheat, durum wheat, rice (paddy, husked and milled rice), barley, millet (*Panicum miliaceum*), oats, sorghum and kaffir (*Sorghum vulgare caffrorum*), in the form of grains, milled grains, semolina or flour.

2 REFERENCES

Ngoddy, P. O.; Enwere, N. J.; Onuorah, V. I. Cowpea flour performance in akara and moin-moin preparations. **1986** Trop. Sci., 26, 101-119.

3 DEFINITIONS

4 PRINCIPLE

The wet material is sieved through a set of sieves by sweeping along with water

5 REAGENTS

6 APPARATUS

Set of steel or brass sieves (30 mesh - 600 micron meter, 60 mesh - 250 micron meter, 80 mesh - 180 micron meter, 100 mesh - 150 micron meter, 200 mesh 75 micron meter).

Sieve Shaker with a lid

7 PROCEDURE

A set of sieves preferably steel or brass with a range in mesh size will be used. Typically a set of five sieves (30 mesh – 600 µm, 60 mesh - 250 µm, 80 mesh - 180 µm, 100 mesh - 150

Determination of Particle size (wet material) in cereal fermented foods

SOP Number: **Phys-Cere-001-en**

Date : **05/10/2011**

Release: **1**

μm , 200 mesh-75 μm) will be used. The sieves are stacked coarsest to finest mesh. 100 g of wet material is added to the coarse sieve and the material manually washed with distilled water and shaken until no more solid material makes it past the finest sieve. The sieve stack is disassembled and the contents of each sieve will be washed off into a container. The water is evaporated in an oven at 100°C for 1 hour and the dried residue is cooled in a dessicator and weighed.

Dry matter of the material should be determined using Chem-Cere-025 or Chem-Cere- 024.

8 EXPRESSION OF RESULTS

8.1 Method of calculation and formulae

Calculate, first, the dry matter (g) of material submitted to sieving:

$$\text{Dry material (g)} = \text{wet material (100 g)} * \frac{\text{Dry matter content (\% wet basis)}}{100}$$

Then, for each sieve calculate the percentage of overs:

$$\text{Overs} = \frac{W2 - W1}{\text{Dry material}} * 100$$

Where W2, is the weight of container plus dried overs and W1, is the weight of the empty container

One can also calculate cumulative overs, beginning from the coarsest:

$$\text{Cumulative overs (sieve i)} = \sum_{\text{Sieve 1}}^{\text{Sieve i}} \text{Overs}$$

Cumulative overs yield from all sieves and of the final residue passing through the finest sieve should be close to 100%.

Determination of Particle size (wet material) in cereal fermented foods

SOP Number: **Phys-Cere-001-en**

Date : 05/10/2011

Release: 1

8.2 Repeatability

The standard deviation and Coefficient of variation between three determinations carried out simultaneously by the same analyst for a same sample shall be less than **0.8%** (dry basis).

9 CRITICAL POINTS OR NOTE ON THE PROCEDURE

To be sure that all material has been washed off the sieve?

10 TEST REPORT

The test report shall indicate the method used and the results obtained. In addition, it shall mention all operating conditions not specified in the international procedure, or regarded as optional, as well as any circumstances that may have influenced the results.

The test report shall include all details necessary for the complete identification for the sample.

11 REVISION RECORD

Date	Responsible person	Description of change

12 APPENDIX

Ngoddy, P. O.; Enwere, N. J.; Onuorah, V. I. Cowpea flour performance in akara and moin-moin preparations. **1986** Trop. Sci., 26, 101-119.



**African Food Tradition rEvisited by
Research**
FP7 n°245025



Deliverable D.1.2.3.1: SOP for sensory: Physical and Textural analysis for Group 1

**Determination of the characteristics of gelatinization of starch in cereal
fermented products**

SOP: Phys-Cere-003--en

Date: **16/09/2011**

Release: **1**

Written by : Christian MESTRES

For information on this SOP please contact :

- Christian MESTRES (christian.mestres@cirad.fr) / WP2 Leader
- ...
-

This document has been approved by :

Partner	Name of the person who approved	Date DD/MM/YY
CIRAD	Christian MESTRES	
UAC		
CSIR		
FAAU		
ESB		
FRI		
NRC	Zahra AHMED	16/09/2011

Determination of the characteristics of gelatinization of starch in cereal fermented products

SOP Number: **Phys-Cere-003--en**

Date: 16/09/2011

Release: 1

Table of contents

1	Scope and application	3
2	References	3
3	Définitions	3
4	Principle	3
5	Reagents	5
6	Apparatus.....	5
7	Procedure.....	5
8	Expression of results.....	6
8.1	Method of calculation and formulae	6
8.2	Repeatability.....	7
9	Critical points or Note on the procedure.....	7
10	Test report	8
11	Revision record.....	8
12	Appendix.....	8

Determination of the characteristics of gelatinization of starch in cereal fermented products

SOP Number: **Phys-Cere-003--en**

Date: 16/09/2011

Release: 1

1 SCOPE AND APPLICATION

This method aims at determining the characteristics of gelatinization (enthalpy of gelatinization, gelatinization temperature and gelatinization rate) of starchy dry foods. The rate of starch is supposed to be known (to be determined according to the procedure Chem-Cere-10 or Chem-Cere-11)

2 REFERENCES

3 DEFINITIONS

Starch is the reserve substance of many plants. It is found in semi-crystalline granules. Heated in the presence of water, starch will lose its crystalline structure: it is the **gelatinization**.

The **enthalpy of gelatinization** is the energy of transition of the gelatinization transition. **Gelatinization temperature** can be determined at the beginning of the transition ("onset"), at the peak of transition, or at the end of transition.

The **gelatinization rate** is the percentage of gelatinization of the sample. It is calculated by the ratio of the enthalpy of gelatinization of the sample to that of a sample of the same nature to the native state.

There is often beyond the gelatinization (at a higher temperature of 20 to 30 ° C) one or two other endothermic peaks, due to the **fusion of amylose-lipid complexes**.

Thermal transitions are measured using **Differential Scanning Calorimetry(DSC)**.

4 PRINCIPLE

The starchy sample is heated at constant speed in excess of water in a sealed pan. The difference of energy between a reference (usually empty) pan and the pan containing the sample is measured. The surplus of energy required to heat the sample pan represents the burst of energy necessary for the transition of gelatinization.

Determination of the characteristics of gelatinization of starch in cereal fermented products

SOP Number: **Phys-Cere-003--en**

Date: 16/09/2011

Release: 1

A native sample of the same nature is measured with the same procedure. The ratio of gelatinization energy of the sample to that of the native one is used to calculate the rate of gelatinization.

There are two types of DSC devices (Figure 1):

- Power compensation devices. They have two independent ovens, one for the sample pan, one for the reference pan. They directly measure energy furnished to each of the ovens, and calculate the energy difference between them,
- Temperature compensation devices. They are equipped with a single furnace, in which we place two pans. The difference in temperature between the two pans is used to calculate the energy difference.

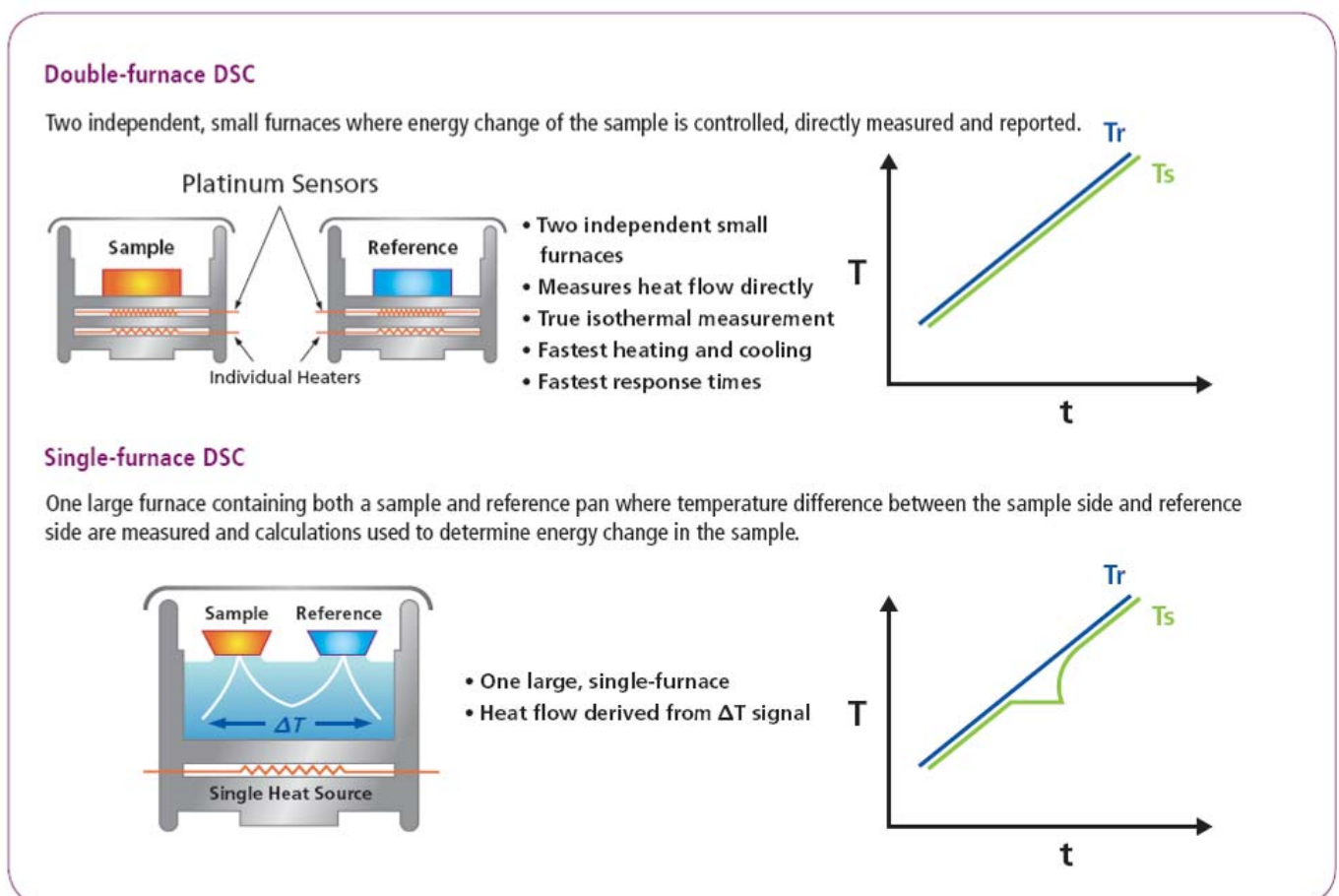


Figure 1. Principle of the two types of DSC

Determination of the characteristics of gelatinization of starch in cereal fermented products

SOP Number: **Phys-Cere-003--en**

Date: 16/09/2011

Release: 1

5 REAGENTS

- Ultrapure water
- Indium
- High pressure (5 bars) pans

6 APPARATUS

- Power compensation or temperature compensation DSC
- High precision (0.01 mg) balance

7 PROCEDURE

Analysis conditions are: heating from 20 to 140°C to 10°C/min for a power compensation DSC, but at 3-5 °C/min for a temperature compensation DSC.

Check the calibration of the device before any sequence analysis using a standard such as Indium. The enthalpy and the onset of melting temperature must be close to the theoretical values (28,45 J/g and 156.6°C for Indium). Re-calibrate the apparatus if observed values emerge from the beaches of tolerance: deviation greater than 1% for the enthalpy of fusion, and 0.1% for onset temperature.

Weigh a quantity of sample representing 15% of total water that may contain a pan (for example 9 mg for a pan of 60 µL).

Add 5 times the mass of water (45 mg for a pan of 60 µL) and then crimp the pan.

Leave for balancing a minimum of one hour.

Perform every day a base line by placing an empty pan in the sample furnace and another in the furnace of reference. Verify that no artefact appears on the obtained curve.

Place the sample pan in sample oven. An empty pan is left in the reference oven. Save heating curve by subtracting the base line.

Calculate the area of the endotherm of gelatinization; the beginning and the end of the endotherm are identifiable by a change in slope of the base line of the thermogram (Figure 2). Start and end temperatures of gelatinization are calculated by projection of the curve on the base line. The peak temperature is that for which the heat flow is highest.

Determination of the characteristics of gelatinization of starch in cereal fermented products

SOP Number: **Phys-Cere-003--en**

Date: 16/09/2011

Release: 1

Proceed similarly with a native sample.

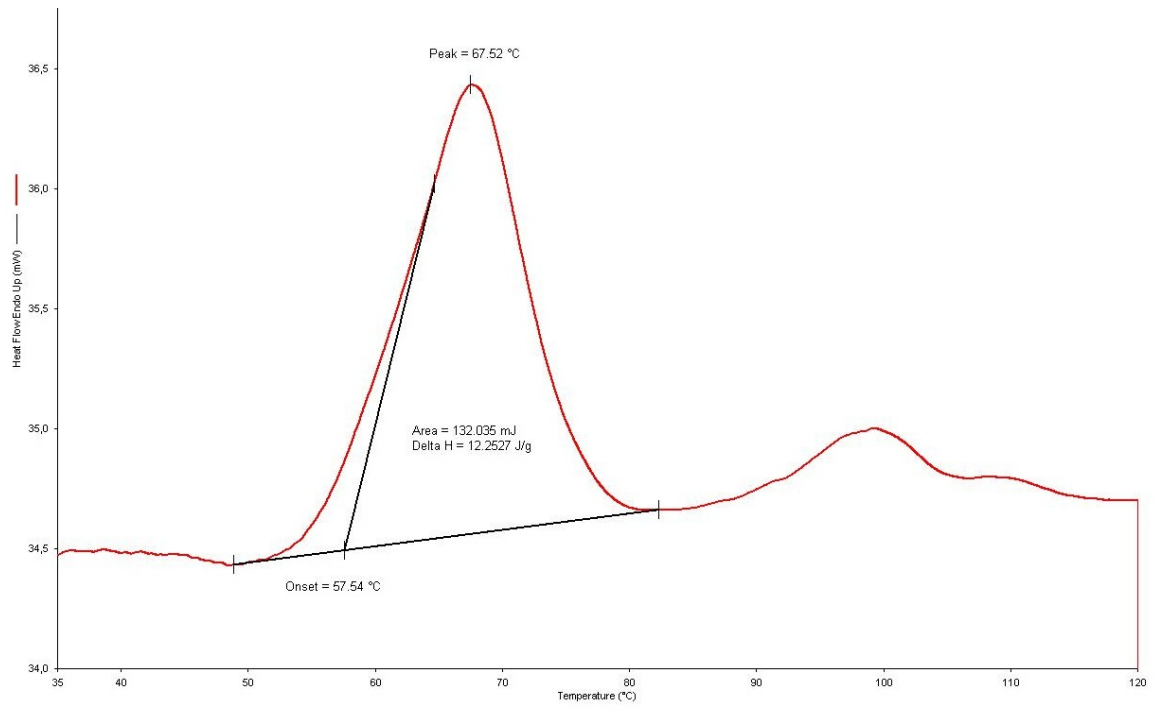


Figure 2. Thermogram of a starchy product showing the gelatinization range ($\Delta H = 12.2527$ J/g) and temperatures of beginning (onset: 57.54°C) and gelatinization peak (65.52°C)

8 EXPRESSION OF RESULTS

8.1 Method of calculation and formulae

The endotherm of gelatinization is directly calculated in J/g (dry basis). The gelatinization rate (Gelat) is:

$$\text{Gelat (\%)} = 100 \times \frac{E_{ech}}{E_{nat}}$$

Where:

- Ech is the enthalpy of gelatinization of the sample,
- Enat is the enthalpy of gelatinization of the native reference

Determination of the characteristics of gelatinization of starch in cereal fermented products

SOP Number: **Phys-Cere-003--en**

Date: 16/09/2011

Release: 1

8.2 Repeatability

For the enthalpy of gelatinization, the deviation between measurements performed in a short time interval will be less than 1 J/g; the standard deviation will be less than 0.8°C for transition temperatures.

9 CRITICAL POINTS OR NOTE ON THE PROCEDURE

The sample must have a particle size less than 250 µm

The use of a high precision balance (0.01 mg) is imperative to ensure a good accuracy of measurement.

The calibration be carried out under the conditions exactly identical to those of analysis; in particular, same type of pan, same kinetics of heat, and energy of transition close to that of samples (for Indium, weigh about exactly 4 to 6 mg).

The base line must not show any artefact; to check this, perform a second base line by subtracting the first one. Observed curve must then be strictly linear, with a noise level close to the specifications of the device: for example, slope less than 0.2 mW across the measurement domain and noise of less than 0.1 mW for a power compensation device (Figure 3).

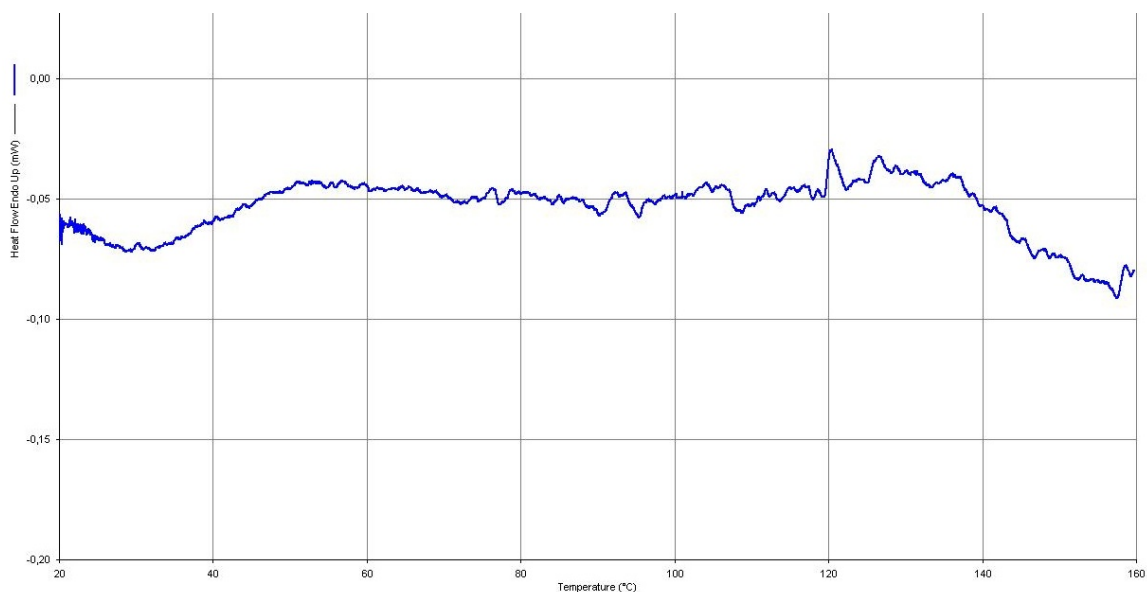


Figure 3. Thermogram of an empty pan after subtraction of the baseline

Determination of the characteristics of gelatinization of starch in cereal fermented products

SOP Number: **Phys-Cere-003--en**

Date: 16/09/2011

Release: 1

10 TEST REPORT

The test report shall indicate the method used and the results obtained. In addition, it shall mention all operating conditions not specified in the international procedure, or regarded as optional, as well as any circumstances that may have influenced the results.

It is recommended to specify the type of apparatus, the heating rate, and the nature and value of enthalpy obtained for the reference sample (in the case of a measure of the gelatinization rate).

The test report shall include all details necessary for the complete identification for the sample.

11 REVISION RECORD

Date	Responsible person	Description of change

12 APPENDIX



African Food Tradition rEvisited by Research

FP7 n°245025



Deliverable D.1.2.3.1: SOP for sensory: Physical and Textural analysis for Group 1

Détermination des caractéristiques de gélatinisation de l'amidon dans les produits céréaliers fermentés

SOP : Phys-Cere-003-fr

Date: **16/09/2011**

Version : **1**

Ecrit par : Christian MESTRES

Pour plus d'information sur ce SOP, contactez :

- Christian MESTRES (christian.mestres@cirad.fr) / WP2 Leader
- ...
-
-

Ce document a été approuvé par :

Partenaire	Noms des personnes l'ayant approuvé	Date DD/MM/YY
CIRAD	Christian MESTRES	28/03/2011
UAC		
CSIR		
FAAU		
ESB		
FRI		
NRC	Zahra AHMED	16/09/2011

Détermination des caractéristiques de gélatinisation de l'amidon dans les produits céréaliers fermentés

SOP : Phys-Cere-003-fr

Date: 16/09/2011

Version: 1

Table des matières

1	Domaine et application	3
2	Références	3
3	Définitions	3
4	Principe	3
5	Réactifs	4
6	Appareillage	5
7	Procédure	5
8	Expression des résultats	6
8.1	Mode de calcul et formules	6
8.2	Répétabilité.....	6
9	Points critiques et Note sur la procedure.....	7
10	Rapport d'essai	7
11	Enregistrement des Révisions	8
12	Annexe.....	8

Détermination des caractéristiques de gélatinisation de l'amidon dans les produits céréaliers fermentés

SOP : Phys-Cere-003-fr

Date: 16/09/2011

Version: 1

1 DOMAINE ET APPLICATION

Cette méthode vise à déterminer les caractéristiques de gélatinisation (enthalpie de gélatinisation, température de gélatinisation et taux d'amidon gélatinisé) des aliments secs riches en amidon. Le taux d'amidon est supposé connu (à déterminer selon la procédure Chem-Cere-10 ou Chem-Cere-11).

2 REFERENCES

3 DEFINITIONS

L'amidon constitue la substance de réserve de nombreux végétaux. Il est présent sous forme de **granules semi-cristallins**. Chauffé en présence de l'eau, l'amidon va perdre sa structure cristalline : c'est la **gélatinisation**.

L'enthalpie de gélatinisation est l'énergie de transition de la gélatinisation. **La température de gélatinisation** peut être déterminée au début de la transition (« onset »), au pic de transition, ou en fin de transition.

Le **taux de gélatinisation** est le pourcentage de gélatinisation de l'échantillon ; il est calculé par le ratio de l'enthalpie de gélatinisation de l'échantillon sur celui d'un échantillon de même nature à l'état natif.

On observe souvent au-delà de la gélatinisation (à une température supérieure de 20 à 30°C) un ou deux autres endothermes de **fusion des complexes** amylose-lipides

On mesure les transitions thermiques par Analyse Enthalpique Différentielle (**AED**), « Differential Scanning Calorimetry » (DSC), en anglais

4 PRINCIPE

L'échantillon amylicé est chauffé à vitesse constante en excès d'eau dans une capsule scellée. On mesure la différence d'énergie entre une capsule de référence (généralement vide) et une capsule contenant l'échantillon. Le surplus d'énergie nécessaire à chauffer la capsule échantillon représente le sursaut d'énergie nécessaire à la transition de gélatinisation.

On mesure de manière identique un échantillon natif de même nature. Le rapport des énergies pour l'échantillon et le natif permet de calculer le taux de gélatinisation.

Détermination des caractéristiques de gélatinisation de l'amidon dans les produits céréaliers fermentés

SOP : Phys-Cere-003-fr

Date: 16/09/2011

Version: 1

Il existe deux types d'appareils AED (Figure 1) :

- à compensation de puissance. Ils comportent deux fours indépendants, un pour la capsule échantillon, un pour la capsule de référence. On mesure directement les énergies apportées à chacun des fours, et on calcule la différence d'énergie entre ceux-ci,
- à compensation de température. Muni d'un seul four, dans lequel on place les deux capsules. La différence de température entre les deux capsules permet de calculer la différence d'énergie.

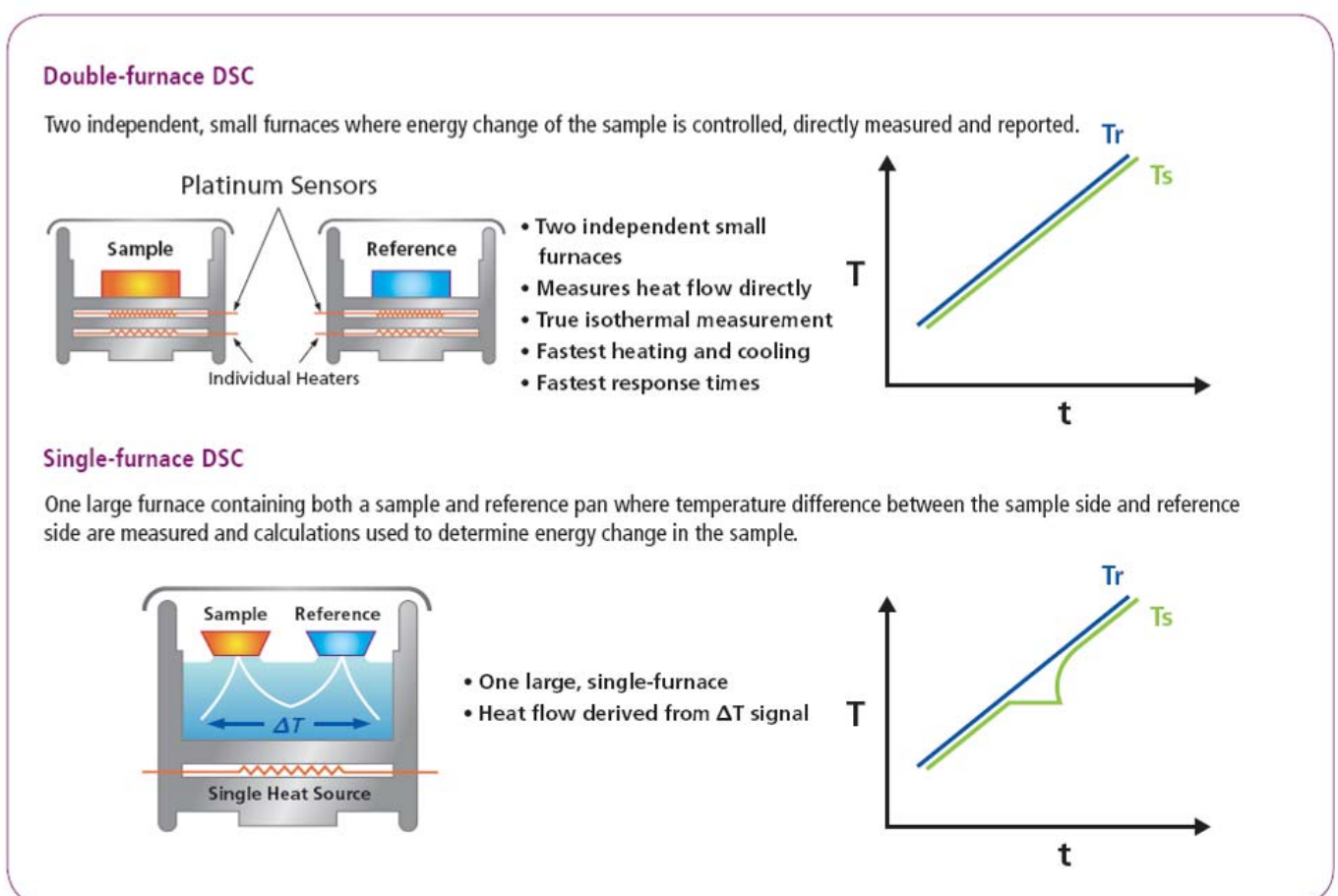


Figure 1. Principe des deux type d'AED (DSC)

5 REACTIFS

- Eau distillée
- Indium
- Capsules à sertir pouvant supporter une pression supérieure à 5 bars.

Détermination des caractéristiques de gélatinisation de l'amidon dans les produits céréaliers fermentés

SOP : Phys-Cere-003-fr

Date: 16/09/2011

Version: 1

6 APPAREILLAGE

- AED à compensation de puissance ou à compensation de température
- Balance de haute précision : 0,01 mg

7 PROCÉDURE

Les conditions d'analyse sont : chauffage de 20 à 140°C à 10°C/min pour une AED à compensation de puissance, mais à 3 à 5°C/min pour une AED à compensation de température.

Vérifier la calibration de l'appareil avant toute séquence d'analyse à l'aide d'un standard comme l'Indium. L'enthalpie et la température d'onset de fusion doivent être proches des valeurs théoriques (28,45 J/g et 156,6°C pour l'Indium). Re-calibrer l'appareil si les valeurs observées sortent des plages de tolérance : écart supérieur à 1% pour l'enthalpie de fusion, et supérieur à 0,1% pour la température d'onset.

Peser une quantité d'échantillon représentant 15% de la masse d'eau totale que peut contenir une capsule (par exemple 9 mg pour une capsule de 60 µL)

Ajouter 5 fois la masse d'eau (45 mg pour une capsule de 60 µL), puis sertir la capsule

Laisser équilibrer une heure minimum.

Réaliser chaque jour une ligne de base en plaçant une capsule vide dans le four échantillon et une autre dans le four de référence. Vérifier qu'aucun artefact n'apparaît sur la courbe obtenue.

Placer la capsule dans le four échantillon. Une capsule sertie vide est laissée dans le four de référence. Enregistrer la courbe de chauffage en soustrayant la ligne de base.

Calculer l'aire de l'endotherme de gélatinisation ; le début et la fin de l'endotherme sont repérables par un changement de pente de la ligne de base du thermogramme (Figure 2). Les températures de début et de fin de gélatinisation sont calculées par projection de la courbe de gélatinisation sur la ligne de base. La température du pic est celle pour laquelle le flux thermique est le plus élevé.

Procéder de même pour un échantillon natif.

Détermination des caractéristiques de gélatinisation de l'amidon dans les produits céréaliers fermentés

SOP : Phys-Cere-003-fr

Date: 16/09/2011

Version: 1

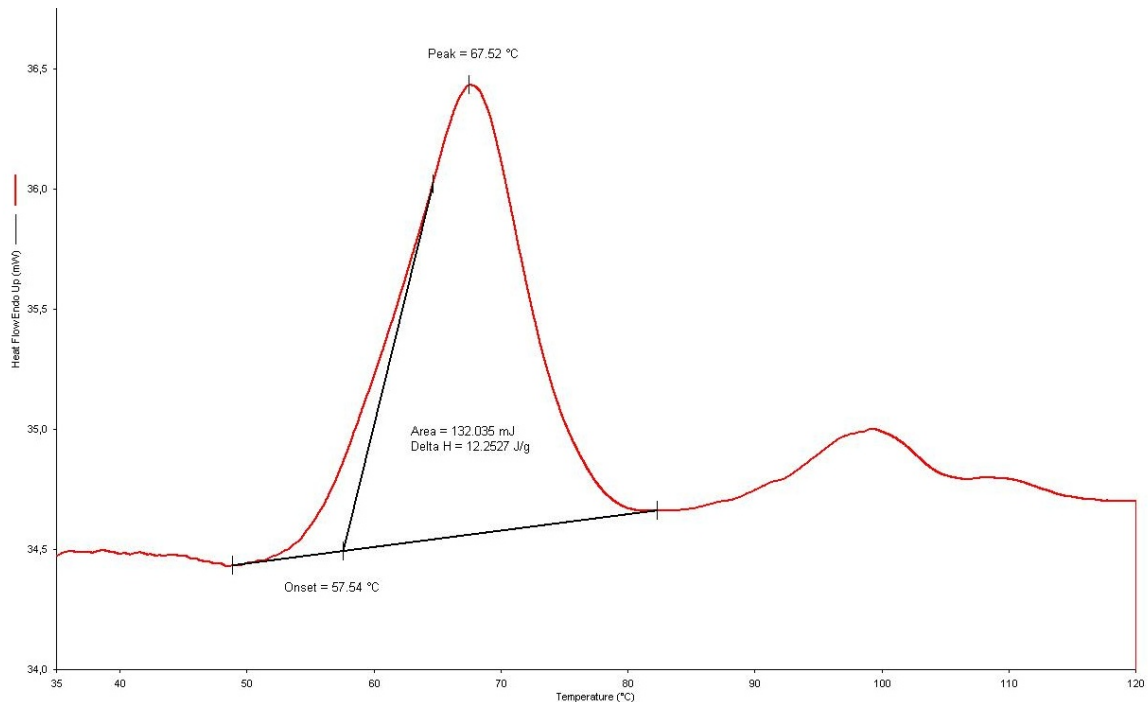


Figure 2. Thermogramme d'un produit amylicé montrant l'aire de gélatinisation ($\Delta H=12.2527$ J/g) et les températures de début (onset : 57.54°C) et pic (67.52°C) de gélatinisation

8 EXPRESSION DES RESULTATS

8.1 Mode de calcul et formules

L'endotherme de gélatinisation est directement calculée en J/g (base sèche).

Le taux de gélatinisation (Gelat) est :

$$Gelat (\%) = 100 \times \frac{Eech}{Enat}$$

Où :

- Eech est l'enthalpie de gélatinisation de l'échantillon,
- Enat est l'enthalpie de gélatinisation de la référence native

8.2 Répétabilité

Pour l'enthalpie de gélatinisation, l'écart type entre mesures effectuées dans un intervalle de temps court sera inférieur à **1 J/g** ; l'écart type sera inférieur à **0.8°C** pour les températures de transition.

Détermination des caractéristiques de gélatinisation de l'amidon dans les produits céréaliers fermentés

SOP : Phys-Cere-003-fr

Date: 16/09/2011

Version: 1

9 POINTS CRITIQUES ET NOTE SUR LA PROCEDURE

L'échantillon analysé doit avoir une granulométrie inférieure à **250 µm**

L'utilisation d'une balance précise au **centième de mg** est impérative pour garantir une bonne précision de la mesure.

La **calibration** doit être effectuée dans les conditions exactement identiques à celles de l'analyse ; en particulier, même type de capsule, même cinétique de chauffe, et énergie de transition proche de celle observée pour les échantillons (pour l'Indium, peser environ exactement 4 à 6 mg).

La **ligne de base** ne doit pas présenter d'artefact ; pour le valider, effectuer une deuxième ligne de base en la soustrayant à la première. Celle-ci doit alors être rigoureusement linéaire, avec un bruit de fond proche des spécifications de l'appareil : pente inférieure à 0,2 mW sur l'ensemble du domaine et bruit de fond inférieur à 0,1 mW (Figure 3).

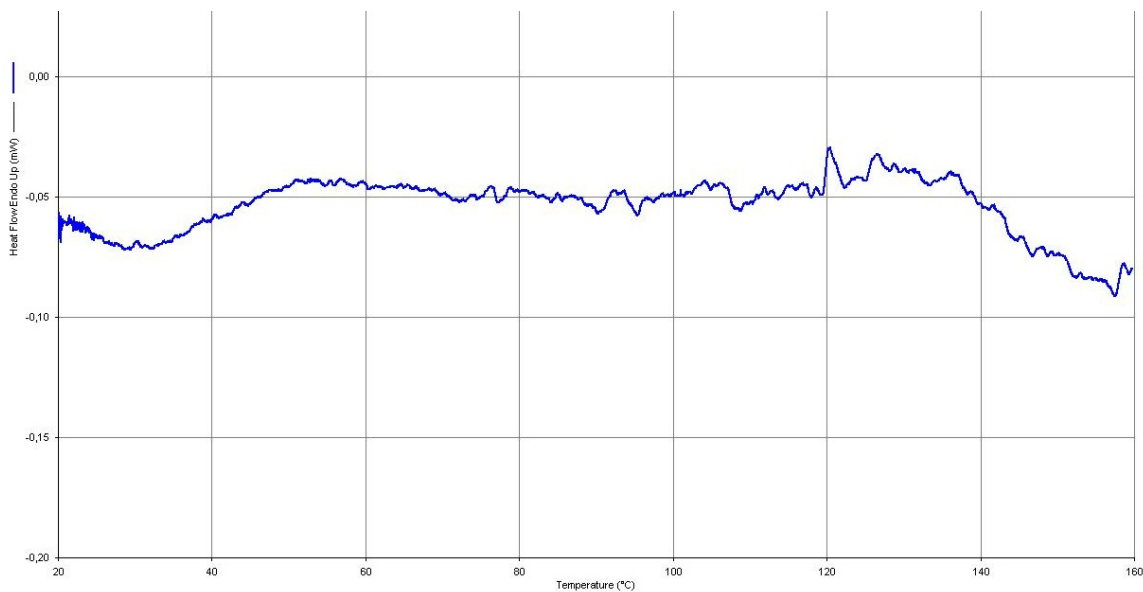


Figure 3. Thermogramme d'une capsule vide après soustraction d'une ligne de base

10 RAPPORT D'ESSAI

Le rapport d'essai doit indiquer la méthode utilisée et les résultats obtenus. En outre seront détaillés toute condition opératoire non indiquée dans le SOP, ou optionnelle, et les circonstances particulières qui auraient pu affecter les résultats.

Détermination des caractéristiques de gélatinisation de l'amidon dans les produits céréaliers fermentés

SOP : Phys-Cere-003-fr

Date: 16/09/2011

Version: 1

Il est recommandé de préciser le type d'appareil utilisé, la vitesse de chauffe, ainsi que la nature et valeur d'enthalpie obtenue pour l'échantillon de référence (dans le cas d'une mesure du taux de gélatinisation).

Le rapport d'essai doit inclure tous les détails nécessaires à une identification précise de l'échantillon.

11 ENREGISTREMENT DES REVISIONS

Date	Personne responsable	Description de la modification

12 ANNEXE

Degree of Gelatinisation of Cooked Rice

By G. G. Birch and R. J. Priestley, Weybridge, Surrey (England)

A method for determining degree of gelatinisation of rice starch or rice flour, based on the amylose/iodine blue value after dispersion in alkali, has been developed. The method can be used to follow the course of cooking of rice under different conditions, and has been checked against a novel infrared technique for relating degree of gelatinisation to the phenomenon of hydrogen bonding.

(Zusammenfassung siehe Seite 100; Résumé à la page 100)

Introduction

In studies concerned with the development of quick cooking rice products in this laboratory it became necessary to assess the extent of processing of intact rice grains by one or other of the changes known to take place during cooking. Because starch constitutes the major component of rice, gelatinisation appeared to be an obvious choice as index of the cooking process.

The course of starch gelatinisation during heating has been followed by several methods in the past but these have been mostly applied to the study of pastes. Few authors have attempted the quantitative assessment of degree of gelatinisation of starch in processed foods. *Sullivan* and *Johnson* [1] have assessed degree of gelatinisation by incubation with β -amylase followed by estimation of the maltose produced. *Tanaka* and *Yukami* [2] used a similar method to assess degree of gelatinisation of starch in precooked rice. These methods, however, are relatively slow and complicated. A more facile technique would appear to be the assessment of amylose released on gelatinisation by colorimetric determination of the iodine blue complex. This has been employed as an index of parboiling in rice [3], as a quality indicator in white milled rice [4] and also as a method of characterising porridges [5]. *Wooton*, *Weedon* and *Munk* [6] attempted to quantify this technique in biscuits by determining the ratio of absorbances of the amylose/iodine blue complex before and after complete dispersion of the starch in alkali, thus avoiding the need to measure either the absolute concentration of starch in each sample or the moisture content. This paper now sets out a method for determining degree of gelatinisation in rice based on the amylose/iodine blue value after dispersion in two different concentrations of alkali, and tentatively relates this to a hydrogen bonding effect observed in the infrared absorption spectrum of rice.

Experimental

Analytical grade reagents were used throughout. Rice was a Ribe variety grown in Italy and supplied by Brooke Bond Liebig LTD. Commercial rice starch was supplied by British Drug Houses, Chemicals, LTD., Poole, Dorset. Standard gelatinised rice starch or rice flour was prepared by autoclaving at 15 p.s.i. for 1 h, and drying in a forced air oven at 58 °C and grinding to pass a 200 mesh screen. Cooked rice samples were prepared by immersing the rice in water

at the desired temperature for different periods, then draining, rinsing once with cold water (2 ml/g of rice) then draining and drying as above.

For determination of the amylose/iodine blue value 0.2 g of ground dried rice starch or flour were added to 98 ml water, treated with 2 ml 10 M-KOH solution and gently agitated for 5 min. The slurry was then centrifuged and 1 ml aliquots of the supernatant were removed, treated with 0.4 ml 0.5 M-HCl and made up to 10 ml with water. 0.1 ml of iodine reagent (1 g iodine and 4 g potassium iodide per 100 ml water) were then added and after mixing the absorbance was read at 600 nm in an Eel Spectra spectrophotometer, against a reagent blank. The estimation was repeated using 95 ml water and 5 ml 10 M-KOH solution, and 1.0 ml 0.5 M-HCl for neutralisation. The ratio of the two absorbances obtained from each sample enabled degree of gelatinisation to be obtained.

Infrared spectra were obtained in a nujol mull in a Unicam SP 200 instrument. Rice flour mixtures were dried in a desiccator over phosphoric oxide, overnight prior to mulling.

Results and Discussion

The *Wooton*, *Weedon* and *Munk* [6] method for determining degree of gelatinisation was not applicable to rice due to the insolubility in water of the gelatinised rice flour even in the finely ground state. Since a minimum concentration of alkali is needed [7] for the chemical gelatinisation of starch

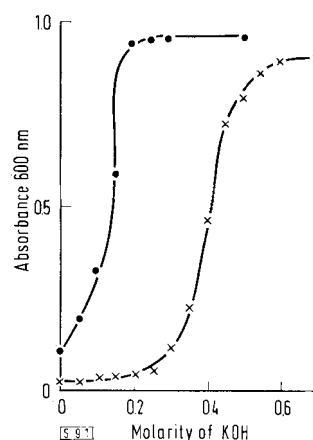


Figure 1. Effect of concentration of potassium hydroxide on the iodine blue value of raw and gelatinised commercial rice starch. × = Raw commercial rice starch; ● = Gelatinised commercial rice starch.

the effect of alkali concentration on the amylose solubility of raw and gelatinised rice starch was first investigated. Figure 1 shows that gelatinised rice starch releases its amylose with lower concentrations of alkali than does raw rice starch and that 0.2 M-KOH solution is the optimum concentration of alkali for differentiating raw and gelatinised rice in this way. When mixtures of raw rice starch (defined as ungelatinised) and rice starch autoclaved at 15 p.s.i. for 1 h (defined as 100% gelatinised) were treated with 0.2 M-KOH solution then neutralised, the absorbances of the resulting amylose/iodine blue complexes when plotted against percent gelatinisation (Fig. 2) gave a straight line. The effect of KOH solution on raw and gelatinised rice flour was also investigated (Fig. 3) along with the effect of water washing of the rice at 50 °C.

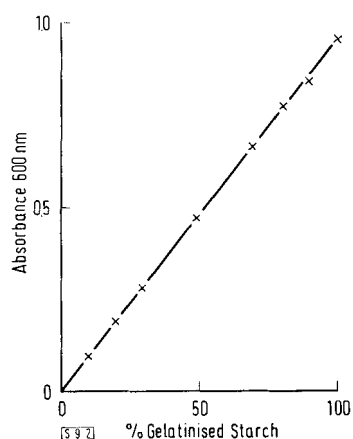


Figure 2. Effect of 0.2 M KOH on the iodine blue value of mixtures of raw and gelatinised commercial rice starch.

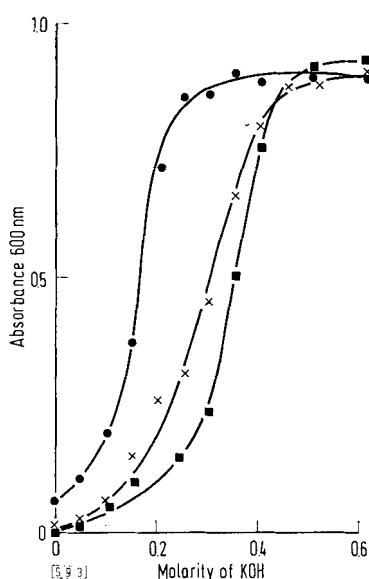


Figure 3. Effect of concentration of potassium hydroxide on the iodine blue value of raw and gelatinised rice flour and rice washed at 50 °C.

× = Raw rice flour; ● = Gelatinised rice flour; ■ = Raw rice flour water-washed at 50 °C.

Loss of amylose will be accompanied by water absorption during the cooking process so to obviate the need to account for these changes in rice flour the ratio of amylose/iodine complex absorbances after dissolving in 0.2 M-KOH solution and 0.5 M-KOH solution (then neutralising) may be

plotted against percent gelatinisation. Although this gives a linear relationship it gives erroneous results when used to assess the degree of gelatinisation of commercial rice samples after cooking. This lack of applicability was traced to easily solubilised damaged starch on the surface of the unwashed grains. If this damaged starch is first removed by water-

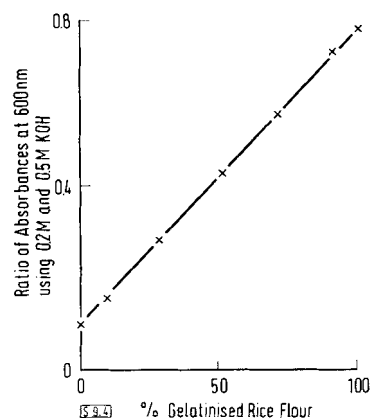


Figure 4. Ratio of iodine blue values obtained using 0.2 M and 0.5 M KOH on mixtures of raw rice flour washed at 50 °C and gelatinised rice flour.

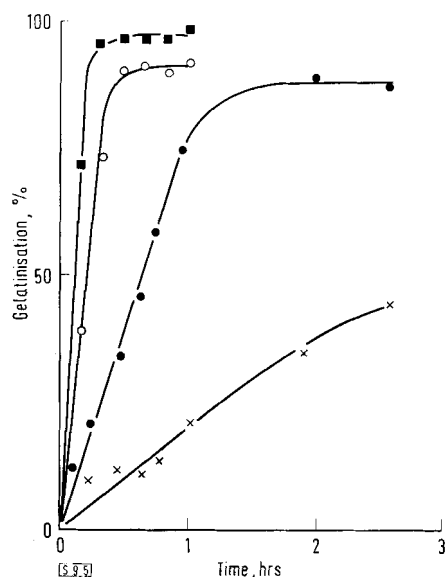


Figure 5. Course of gelatinisation during cooking of rice at different temperatures.

× = 70 °C; ● = 80 °C; ○ = 90 °C; ■ = 100 °C.

washing at 50 °C a linear plot is still obtained (Fig. 4) which may now be used to assess the degree of gelatinisation of commercial rice during the cooking process. Figure 5 shows the application of the technique to the course of gelatinisation of rice at 70, 80, 90 and 100 °C. Kerr [8] has postulated that the molecular changes which take place during gelatinisation may be explained in terms of hydrogen bonding. Thus during heating the hydrogen bond network within each granule becomes disrupted allowing water molecules to occupy fresh spaces within amylopectin molecules. If such changes do occur corresponding changes should be discernible in the infrared spectrum around 3200 cm⁻¹ and 3350 cm⁻¹ attributed by several workers [9, 10, 11] to bonded and free OH stretching respectively. Figure 6 shows a typical infrared spectrum for rice flour in a nujol mull in

which a peak and shoulder are visible at these wavelengths. When mixtures of raw and gelatinised rice are examined in this region of their infrared spectra it is found that the ratio of peak heights at these wavelengths gives a straight line (Fig. 7). This therefore provides an alternative method

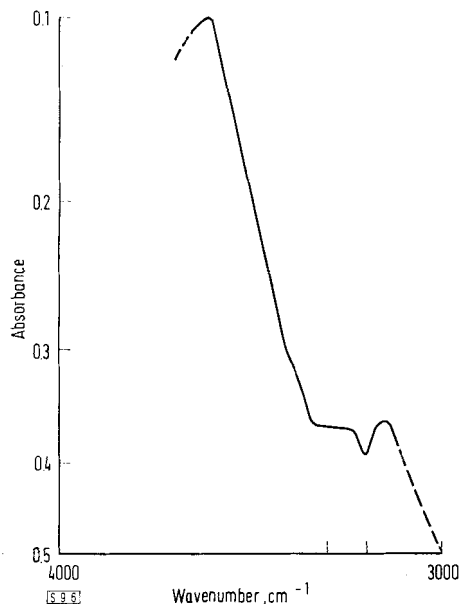


Figure 6. IR Spectrum of rice flour (50% gelatinised) in a nujol mull. Dotted lines indicate absorbance due to nujol.

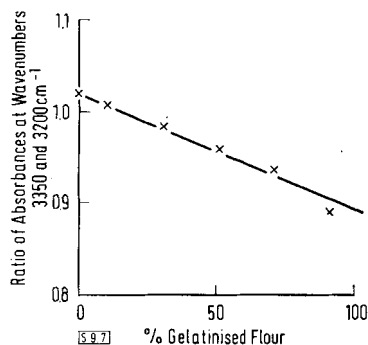


Figure 7. Ratio of absorbances at wavenumbers 3350 and 3200 for mixtures of raw and gelatinised rice flour.

for assessing degree of gelatinisation. Infrared analysis is a facile operation but requires thorough drying of each sample. It is therefore less convenient than the amylose/iodine blue determination for assessing large numbers of samples.

Conclusion

The course of gelatinisation of starch in rice during cooking may be followed by application of an amylose/iodine blue method after alkaline dispersion. The method appears to be an absolute measure of degree of gelatinisation within the limits of definition described in this investigation, and infrared analysis is presented to support the idea that gelatinisation is characterised by hydrogen bond changes within the starch granule.

Acknowledgement

The authors wish to thank Brooke Bond Liebig LTD for a grant supporting this work and in particular Mr. C. Pape and Dr. D. Rustidge for helpful discussions. Drs. C. T. Greenwood and W. C. Banks of the Flour Milling and Baking Research Association are also thanked for helpful suggestions.

Zusammenfassung

Der Verkleisterungsgrad von gekochtem Reis. Zur Bestimmung des Verkleisterungsgrades von Reisstärke oder Reismehl wurde eine Methode entwickelt, die auf dem Amylose-Jod-Blauwert nach Dispersion in Alkali beruht. Die Methode kann zur Beobachtung des Kochverlaufes von Reis unter verschiedenen Bedingungen verwendet werden und wurde einer neuartigen Infrarottechnik gegenübergestellt, bei der der Verkleisterungsgrad mit dem Auftreten von Wasserstoffbindungen in Beziehung gebracht wird.

Résumé

Le degré de gélatinisation du riz cuit. Une méthode de détermination du degré de gélatinisation de l'amidon de riz ou de la farine de riz, basée sur l'indice d'iode de l'amylose après dispersion dans les alcalis a été mise au point. La méthode peut être utilisée pour suivre l'allure de la cuisson du riz sous différentes conditions; elle a été comparée avec une nouvelle technique à la lumière infra-rouge, qui met en relation le degré de gélatinisation et le phénomène de liaisons d'hydrogène.

References

- [1] Sullivan, J. W., and J. A. Johnson: Cereal Chem. 41 (1964), 73.
- [2] Tanaka, M., and S. Yukami: U.S. Pat. 3,484,249 (1969).
- [3] Roberts, R. L., E. L. Potter, E. B. Kester, and K. K. Keneaster: Cereal Chem. 31 (1954), 121.
- [4] Halick, J. V., and V. J. Kelly: Cereal Chem. 36 (1959), 91.
- [5] Cunningham, N. T.: Cereal Chem. 8 (1931), 403.
- [6] Wootton, M., D. Weedon, and N. Munk: Food Technol. Australia 23 (1971), 612.
- [7] Leach, H. W., T. J. Schoch, and E. F. Chessman: Stärke 13 (1961), 200.
- [8] Kerr, R. W.: "Chemistry and Industry of Starch". (1944), p. 182. Acad. Press, N. Y.
- [9] Shallenberger, R. S.: J. Food Sci. 28 (1963), 584.
- [10] Barker, S. A., J. S. Brimacombe, A. B. Foster, D. H. Whiffen, and G. Zweifel: Tetrahedron 7 (1959), 10.
- [11] Brimacombe, J. S., A. B. Foster, M. Stacey, and D. H. Whiffen: Tetrahedron 4 (1958), 351.

Address of authors: G. G. Birch, Ph.D., F.R.I.C., and R. J. Priestley, B. Sc., National College of Food Technology, University of Reading, Weybridge, Surrey (England).

(Received: November 18, 1972.)

Referate / Abstracts

French, D., E. E. Smith und W. J. Whelan: Strukturanalyse und enzymatische Synthese eines Pentasaccharid- α -Grenzextrins, welches durch *Bacillus subtilis* α -Amylase aus Amylopektin gebildet wird (Structural analysis and enzyme synthesis of a penta-

NF V03-749

novembre 1999

AFNOR
Association Française
de Normalisation

www.afnor.fr

Ce document est à usage exclusif et non collectif des clients AFNOR SAGAWEB. Toute mise en réseau, reproduction et rediffusion, sous quelque forme que ce soit, même partielle, sont strictement interdites.

This document is intended for the exclusive and non collective use of AFNOR SAGAWEB. (Standards on line) customers. All network exploitation, reproduction and re-dissemination, even partial, whatever the form (hardcopy or other media), is strictly prohibited.

SAGAWEB

Pour : CIRAD CA

le 8/12/2003 - 17:15

Toute reproduction ou représentation intégrale ou partielle, par quelque procédé que ce soit, des pages publiées dans le présent document, faite sans l'autorisation de l'éditeur est illicite et constitue une contrefaçon. Seules sont autorisées, d'une part, les reproductions strictement réservées à l'usage privé du copiste et non destinées à une utilisation collective et, d'autre part, les analyses et courtes citations justifiées par le caractère scientifique ou d'information de l'œuvre dans laquelle elles sont incorporées (Loi du 1^{er} juillet 1992 – art. L 122-4 et L 122-5, et Code Pénal art. 425).

Diffusé par

AFNOR

norme française

NF V 03-749

Novembre 1999

Indice de classement : **V 03-749**

ICS : 67.060

Blé tendre et triticale

Détermination de la viscosité des extraits aqueux

Méthode au viscosimètre

E : Common and triticale wheat — Determination of the viscosity
of the aqueous extracts — Viscosimeter method

D : Weich - und Triticaleweizen — Bestimmung der Zähflüssigkeit
von wässrigen Auszügen — Viskosimeterverfahren

Norme française homologuée

par décision du Directeur Général d'AFNOR le 20 octobre 1999 pour prendre effet
le 20 novembre 1999.

Correspondance

À la date de publication du présent document, il n'existe pas de projets internatio-
naux traitant du même sujet.

Analyse

Le présent document décrit une méthode de détermination de la viscosité des
extraits aqueux de moutures de grains de blé tendre et de triticale. Il est extrapolable
à d'autres grains, graines et tourteaux tels qu'énumérés au domaine d'application.

Descripteurs

Thésaurus International Technique : céréale, blé, blé tendre, détermination,
viscosité, mesurage de viscosité, extrait aqueux, méthode viscosimétrique.

Modifications

Corrections

Éditée et diffusée par l'Association Française de Normalisation (AFNOR), Tour Europe 92049 Paris La Défense Cedex
Tél. : 01 42 91 55 55 — Tél. international : + 33 1 42 91 55 55



Céréales et légumineuses

AFNOR V30A

Membres de la commission de normalisation

Président : M BEAUX

Secrétariat : MME DIDIER — AFNOR

M	AUFFRAY	CREPIN ANALYSES ET CONTROLES
M	AUTRAN	INRA
M	BEAUX	ANMAC
MME	BELLEMAIN	MINISTERE DE L'AGRICULTURE — DIRCTION GENERALE DE L'ALIMENTATION
MLLE	BENOUALID	CTCPA
M	BLANC	LABORATOIRES WOLFF
M	BLANFUNÉ	CREPIN ANALYSES ET CONTROLES
MLLE	BONNEFOY	ONIC — LABORATOIRE DE LA ROCHELLE
M	BOURGUIGNON	MINISTERE DE L'ECONOMIE ET DES FINANCES — DGCCRF — CGd'UMA
MME	CARLIER	FEDERATION DU NEGOCE AGRICOLE — INAC
M	CAUVET	COMITE FRANCAIS SEMOULERIE INDUSTRIELLE
M	CHICOT	MINISTERE DE LA DEFENSE — SCERCAT
M	DEHOVE	CHOPIN SA
M	DOLIGÉ	ANMAC
M	DRAPRON	
M	FLEURAT-LESSARD	INRA — CENTRE DE RECHERCHES DE BORDEAUX
MLLE	GAUCHER	MINISTERE DE L'INDUSTRIE, DES POSTES ET TELECOMMUNICATIONS ET DU COMMERCE EXTERIEUR — SOUS DIRECTION METROLOGIE
M	GUERERE	MINISTERE DE L'ECONOMIE, ET DES FINANCES — DGCCRF — MARSEILLE
M	GUERIN	SCERCAT
M	HASLÉ	SIGMA
M	HEISER	FEDERATION NATIONALE DU LEGUME SEC
M	LAUNAY	ENSIA
MME	LE BRUN	ITCF
M	LE MORVAN	FFCAT — ANMAC
M	LEUILLET	ITCF — AGPB
M	LEQUERTIER	UNCAMTC
M	LIÉNART	ROQUETTE SA
M	MARTIN	ITCF
M	MAS	CRECERPAL
M	MONT	LABORAGRO
M	MORINI	MINISTERE ECONOMIE ET DES FINANCES DGCCRF
M	MULTON	INRA
M	PROVOT	LABOVAL SCOP SARL
M	SCOTTI	BIPEA
MLLE	TORFOU	GRANDS MOULINS DE PARIS
M	TOURNELLE	SGS FRANCE SA
MME	VARRA	MINISTERE DE L'ECONOMIE ET DES FINANCES — DIRECTION GENERALE DES DOUANES ET DROITS INDIRECTS
MME	VERON-DELOR	IRTAC
M	WIRSTA	ENSMIC

Les personnalités suivantes ont également participé à l'élaboration de ce document :

MME	BEAUX	ITCF
M	BRANLARD	INRA — CLERMONT-FERRAND
M	CAUQUIL	AGRIBRANDS — MONTFORT-SUR-RISLE
M	COSSON	LESAFFRE — MARCQ-EN-BAROUEL
MME	FLATRES	UNICOPA — LANGUIDIC
M	GROSJEAN	ITCF
MME	HOINVILLE	ROQUETTE FRERES SA
M	JOULIN	ULICE — RIOM
M	LE PAVEC	UFAC — VIGNY
M	METRA	LAREAL — VANNES
M	SAULNIER	INRA — NANTES
M	SUMMERS	PBI FRANCE — LOUVILLE-LA-CHENARDE
M	VICTOIRE	SANDERS — ATHIS-MONS

Introduction

Le mesurage de la viscosité de l'extrait aqueux de céréales intéresse différentes filières utilisatrices de céréales en tant que mesurage indirecte du dosage des polysaccharides non amylacés solubles. Ce critère intéresse plus particulièrement l'alimentation avicole. Chez le poulet, la viscosité du blé causée principalement par les arabinoxylanes solubles, et par voie de conséquence celle de l'aliment, est un facteur explicatif des faibles teneurs en énergie que l'on peut rencontrer, et qui pénalise la croissance des animaux. Par ailleurs, la viscosité du blé et de l'aliment conduit à la production de fientes collantes responsables d'une dégradation des conditions sanitaires des élevages, de malformations osseuses, et de salissures d'œufs. En brasserie, l'importance des β -glucanes est reconnue et conduit les industriels à rechercher des lots de variétés à faible viscosité. Dans la filière boulangerie biscuiterie pâtisserie, les arabinoxylanes retardent les phénomènes de rassissement. En diététique, les céréales riches en polysaccharides solubles permettent de constituer des régimes limitant la digestibilité des lipides. Dans l'industrie amidonnière, la viscosité des matières premières intervient dans le process et la qualité des co-produits.

Enfin, la viscosité de l'extrait aqueux de céréales intéresse les sélectionneurs de céréales pour répondre à la demande des différents segments de leur marché. Elle intéresse également les producteurs d'enzymes correcteurs des effets des polysaccharides.

La méthode peut contribuer à différencier des lots de céréales et légumineuses utilisées dans différentes filières d'utilisation.

La normalisation a été conduite par l'IRTAC à la suite des travaux de développement de la méthode dans le cadre du SYPRAM (programme 21).

1 Domaine d'application

Le présent document décrit une méthode de détermination de la viscosité des extraits aqueux de moutures de grains de blé tendre (*Triticum aestivum* L.) et de triticale (*x Triticosecale* Wittmack ssp.). Il est extrapolable à d'autres grains et graines et tourteaux comme le blé dur (*Triticum durum* Desf.), le maïs (*Zea mays* L.), le sorgho (*Sorghum bicolor* L. Moench), le pois (*Pisum sativum* L.), la féverole (*Vicia faba* L.) et le tourteau de soja (*Glycine max* Merrill).

2 Références normatives

Le présent document comporte par référence datée ou non datée des dispositions d'autres publications. Ces références normatives sont citées aux endroits appropriés dans le texte et les publications sont énumérées ci-après. Pour les références datées, les amendements ou révisions ultérieurs de l'une quelconque de ces publications ne s'appliquent à ce document que s'ils y ont été incorporés par amendement ou révision. Pour les références non datées, la dernière édition de la publication à laquelle il est fait référence s'applique.

NF V 18-091, *Aliments des animaux — Préparation des échantillons pour essai*.

NF EN ISO 3696, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai* (indice de classement : T 01-070).

NF ISO 712, *Céréales et produits céréaliers — Détermination de la teneur en eau — Méthode de référence pratique* (indice de classement : V 03-707).

3 Termes et définitions

Dans le cadre du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent :

3.1

temps de conditionnement

temps nécessaire pour qu'un liquide placé dans un viscosimètre (tube) capillaire atteigne la température souhaitée

3.2

temps de chute

temps total mis par un liquide pour s'écouler entre deux repères d'un tube capillaire vertical sous l'effet de la pesanteur

4 Principe

La viscosité des extraits aqueux de moutures de céréales et légumineuses est engendrée principalement par les arabinoxylanes et les β -glucanes solubles provenant des parois des cellules de l'endosperme des grains, puisque les éventuels effets enzymatiques et viscosants des protéines sont éliminés par chauffage au bain-marie. La détermination de la viscosité permet donc d'apprécier de façon indirecte les teneurs en polysaccharides non amyliques (arabinoxylanes et β -glucanes) solubles des extraits aqueux de moutures.

La méthode décrite dans le présent document aborde les conditions d'obtention des extraits aqueux, puis le mesurage de la viscosité des extraits effectué soit à l'aide d'un viscosimètre capillaire, soit à l'aide d'un viscosimètre rotatif.

5 Réactifs et matériaux

Sauf indication contraire, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue.

5.1 Eau désionisée ou eau osmosée, de qualité 2, conformément à la norme NF EN ISO 3696.

5.2 Acétone technique.

5.3 Glace.

5.4 Détergent alcalin de type TFD4 ¹⁾ à 10 % ou équivalent.

5.5 Air comprimé.

1) TFD4 est l'appellation commerciale d'un produit distribué par FRANKLAB, BP 63 — 78185 SAINT-QUENTIN-EN-YVELINES. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs du présent document et ne signifie nullement qu'AFNOR approuve ou recommande l'emploi exclusif du produit ainsi désigné. Des produits équivalents peuvent être utilisés s'il est démontré qu'ils conduisent aux mêmes résultats.

6 Appareillage

NOTE Une partie du matériel nécessaire est fonction de la variante utilisée dans le mesurage, et donc du volume d'eau utilisé (10 ml ou 30 ml) (voir annexe A).

6.1 Nettoyeur-séparateur à grains, muni d'une grille ayant des ouvertures de 2 mm.

6.2 Diviseur à grains (conique ou à rifles)

6.3 Broyeur à grille, ayant les caractéristiques suivantes :

- équipé d'une grille de 0,50 mm à 0,75 mm d'ouverture ;
- construit en matériau n'absorbant pas d'humidité ;
- facile à nettoyer et présentant un espace mort minimal ;
- permettant un broyage rapide et uniforme.

6.4 Balance analytique, précise à 0,000 1 g près.

6.5 Agitateur

6.5.1 Agitateur par retournement réglable à 60 tr/min.

ou

6.5.2 Agitateur magnétique réglable à 300 tr/min environ.

6.6 Centrifugeuse, pouvant atteindre une accélération de 3 000 *g* à 5 000 *g*.

6.7 Bain d'eau, pouvant porter l'eau à l'ébullition.

6.8 Dispositif de filtration

6.8.1 Dispositif tel que seringue muni de membranes de filtration de 0,45 μm d'ouverture de pores (pour le viscosimètre capillaire).

ou

6.8.2 Dispositif sous vide muni d'un filtre en fibre de verre, de 90 mm de diamètre et de 1 μm d'ouverture de pores (pour le viscosimètre rotatif).

6.9 Appareil de mesurage

6.9.1 Viscosimètre capillaire : ensemble comportant un tube à deux branches dont une des branches comporte un segment capillaire (tube Ostwald), de diamètre interne proche de 0,4 mm, plongé dans un **bain d'eau** thermostaté réglé à $30\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,1\text{ }^{\circ}\text{C}$, et un **générateur de pression** servant à faire varier le niveau du liquide dans le tube capillaire.

ou

6.9.2 Viscosimètre rotatif, équipé d'un module thermostaté pour le mesurage de faibles viscosités, et réglé à $30\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,1\text{ }^{\circ}\text{C}$.

6.10 Minuteur

6.11 Chronomètre, précis au dixième de seconde (associé à l'utilisation du tube capillaire).

6.12 Petit matériel

6.12.1 Flacon étanche à bouchon pour recueillir la mouture.

6.12.2 Pipettes en verre à un trait de 10 ml, ou de 30 ml, classe A.

6.12.3 Erlenmeyer de 250 ml (en cas d'utilisation d'un agitateur magnétique).

6.12.4 Tubes à centrifuger, adaptés à la centrifugeuse (6.6). Le polypropylène convient. Le volume des tubes peut être de 30 ml environ en cas d'utilisation d'un volume d'eau de 10 ml, et de 50 ml environ en cas d'utilisation d'un volume d'eau de 30 ml.

6.12.5 Tubes, munis de bouchons à vis pouvant résister au bain d'eau bouillant. Le polypropylène ou le verre Pyrex résistant aux chocs thermiques conviennent. Le volume des tubes peut être de 30 ml environ en cas d'utilisation d'un volume d'eau de 10 ml, et de 50 ml environ en cas d'utilisation d'un volume d'eau de 30 ml.

6.12.6 Tubes munis de bouchon pour recueillir les extraits aqueux après filtration. Le polypropylène convient. Le volume des tubes peut être de 13 ml environ en cas d'utilisation d'un volume d'eau de 10 ml, et de 50 ml environ en cas d'utilisation d'un volume d'eau de 30 ml.

6.12.7 Bécher de 500 ml pour recueillir les tubes contenant les extraits aqueux.

6.12.8 Pipette automatique de 2 ml (en cas d'utilisation du viscosimètre capillaire).

6.12.9 Trompe à vide

7 Échantillonnage

L'échantillonnage ne fait pas partie de la méthode spécifiée dans le présent document. Des méthodes d'échantillonnage recommandées sont données dans les normes NF ISO 13690 et ISO 6644.

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

8 Préparation de l'échantillon pour essai

8.1 Constitution de l'échantillon

Préparer l'échantillon pour essai selon la méthode décrite dans la norme NF V 18-091.

8.1.1 Cas des grains

À partir de l'échantillon pour laboratoire, passer l'échantillon pour laboratoire dans le nettoyeur-séparateur (6.1) pour éliminer les impuretés (grains étrangers, grains cassés, pailles, glumes et glumelles).

À l'aide du diviseur (6.2), diviser l'échantillon nettoyé afin d'obtenir une quantité d'environ 50 g.

8.1.2 Cas du tourteau de soja

Prélever 100 g de l'échantillon pour laboratoire.

8.2 Broyage

S'assurer de la propreté du broyeur (6.3). Alimenter le broyeur (6.3) en grains ou en tourteau. Opérer avec précaution afin d'éviter toute surcharge ou échauffement.

Broyer la totalité de l'échantillon pour essai. Recueillir le broyat dans le flacon étanche (6.1.2.1).

Conserver la mouture au réfrigérateur, si nécessaire.

Nettoyer le broyeur après usage.

9 Mode opératoire

NOTE Les différentes phases du processus avec les différentes variantes possibles sont illustrés en annexe A.

9.1 Obtention de l'extrait aqueux

9.1.1 Opérations préliminaires

Préparer les bains d'eau et les régler aux températures spécifiées (30 °C pour le viscosimètre et 100 °C pour le bain d'eau bouillant).

Préparer un bécher (6.1.2.7) contenant un mélange d'eau et de glace pilée.

9.1.2 Prise d'essai

9.1.2.1 Cas de l'utilisation d'un agitateur par retournement

Homogénéiser l'ensemble de l'échantillon pour essai broyé dans le flacon étanche (6.1.2.1). Peser, à 0,001 g près, une prise d'essai de 2,5 g.

Introduire la prise d'essai dans un tube à centrifuger (6.12.4).

9.1.2.2 Cas de l'utilisation d'un agitateur magnétique

Homogénéiser l'ensemble de l'échantillon pour essai broyé dans le flacon étanche (6.1.2.1). Peser, à 0,001 g près, une prise d'essai de 7,5 g.

Introduire la prise d'essai dans un erlenmeyer (6.12.3)

NOTE Dans le cas de certaines moutures de céréales ou légumineuses très hygroscopiques, il peut être nécessaire de doubler les quantités nécessaires pour obtenir la quantité de filtrat requise pour le mesurage.

9.1.3 Extraction

La phase d'extraction peut être réalisée juste après broyage ou après conservation des échantillons au réfrigérateur. Cette phase consiste en une agitation du mélange eau (5.1) avec la prise d'essai (9.1.2). L'agitation peut être réalisée à l'aide d'un agitateur par retournement (6.5.1) ou d'un agitateur magnétique (6.5.2).

9.1.3.1 Agitation par retournement

À l'aide d'une pipette (6.12.2), ajouter 10 ml d'eau (5.1) à la prise d'essai (9.1.2) placée dans le tube à centrifuger (6.1.2.4). Boucher le tube et le secouer pour décoller le culot avant de le placer dans l'agitateur (6.5.1). Agiter pendant 15 min. Enclencher le minuteur (6.10) au début de l'agitation. Enregistrer l'heure.

9.1.3.2 Agitation magnétique

À l'aide d'une pipette (6.12.2), ajouter 30 ml d'eau (5.1) à la prise d'essai (9.1.2) placée dans l'erlenmeyer (6.12.3) contenant un barreau magnétique, puis agiter pendant 15 min. Enclencher le minuteur (6.10) au début de l'agitation. Verser le contenu de l'erlenmeyer dans le tube à centrifuger.

IMPORTANT Toutes les opérations qui suivent doivent se succéder sans interruption jusqu'à la filtration.

9.1.4 Première centrifugation

Immédiatement après l'agitation, centrifuger le tube dans la centrifugeuse (6.6) réglée entre 3 000 g et 5 000 g et programmée sur 10 min.

Verser le surnageant dans le tube allant au bain d'eau bouillant (6.12.5). Fermer hermétiquement le tube avec le bouchon à vis.

9.1.5 Chauffage et refroidissement

Placer ce tube au bain d'eau à 100 °C (6.7) pendant 10 min exactement.

Refroidir sous l'eau courante pendant 15 min.

Immédiatement après, verser le contenu du tube dans un second tube à centrifuger (6.12.4).

9.1.6 Deuxième centrifugation

Centrifuger dans la centrifugeuse (6.6) réglée entre 3 000 *g* et 5 000 *g* et programmée sur 5 min.

9.1.7 Filtration

9.1.7.1 Cas de l'utilisation d'un viscosimètre capillaire

Placer le surnageant dans le dispositif de filtration (6.8) et filtrer sur la membrane de 0.45 µm (6.8.1).

Récupérer au minimum 2 ml de filtrat dans un tube (6.12.6).

9.1.7.2 Cas de l'utilisation d'un viscosimètre rotatif

Filtrer le surnageant sous vide sur le filtre en fibres de verre (6.8.2). Récupérer au minimum 19 ml de filtrat dans un tube (6.12.6).

Dans les deux cas, (9.1.7.1) et (9.1.7.2), le temps écoulé entre le démarrage de l'extraction et la fin de la filtration ne doit pas dépasser 1 h 20 min. Si ce n'est pas le cas, recommencer l'ensemble de l'extraction sur une nouvelle prise d'essai.

9.1.8 Repos des extraits avant mesurages

Après la fin de la filtration, placer le tube contenant l'extrait aqueux (6.12.6) dans le bécher (6.12.7) contenant l'eau et la glace pilée (mélange proche de 0 °C) en veillant à ce que l'extrait soit complètement immergé.

Placer l'ensemble dans le réfrigérateur à 4 °C — 5 °C et laisser reposer au minimum 2 h et au maximum 6 h.

9.2 Détermination de la viscosité

Réaliser les mesurages de la viscosité après la période de repos des extraits aqueux spécifiée en 9.1.8.

Cette viscosité est déterminée :

- soit à l'aide d'un viscosimètre capillaire (6.9.1) et s'obtient à partir des mesurages du temps de chute de l'extrait aqueux du produit et du temps de chute de l'eau au travers d'un tube capillaire,
- soit à l'aide d'un viscosimètre rotatif (6.9.2) en faisant le rapport entre la viscosité de l'extrait aqueux et la viscosité de l'eau (5.1) mesurées en millipascals par seconde (mPa.s).

9.2.1 Mesurage par viscosimètre capillaire

Les mesurages des temps de chute de l'eau et de l'extrait aqueux doivent se faire avec le même tube Ostwald.

9.2.1.1 Mesurage du temps de chute de l'eau

Fixer le tube à son support.

Prélever 2 ml d'eau (5.1) à l'aide de la pipette automatique (6.12.8).

Les introduire dans la branche non capillaire du tube Ostwald. Placer le tuyau d'arrivée de l'air pressurisé provenant du viscosimètre sur la branche non capillaire du tube.

Placer délicatement l'ensemble du dispositif dans le bain d'eau (6.9.1) réglé à 30 °C ± 0,1 °C. Vérifier sa verticalité.

Programmer le temps de conditionnement à 5 min, ce qui permet l'élévation de la température de l'eau dans le tube.

Réaliser trois mesurages consécutifs du temps de chute de l'eau.

Noter les résultats des trois mesurages au dixième de seconde près. Calculer la moyenne, t_1 , des trois mesurages et noter le résultat au dixième de seconde près.

NOTE Cette moyenne est une constante qui permet de vérifier que les conditions expérimentales sont satisfaisantes.

À la fin des trois mesurages, nettoyer le tube deux fois à l'acétone (5.2) en utilisant le vide (6.12.9) pour accélérer chaque opération. Puis sécher le tube à l'air comprimé (5.5).

9.2.1.2 Mesurage sur l'extrait aqueux

Sortir l'extrait aqueux du réfrigérateur juste avant la mesure.

Prélever 2 ml d'extrait aqueux à l'aide de la pipette automatique (6.12.8).

Les introduire dans la branche non capillaire du tube Ostwald.

Placer le tuyau d'arrivée de l'air pressurisé sur la branche non capillaire du tube.

Placer délicatement l'ensemble du dispositif dans le bain d'eau (6.9.1) réglé à $30\text{ °C} \pm 0,1\text{ °C}$. Vérifier sa verticalité.

Programmer le temps de conditionnement à 5 min, ce qui permet l'élévation de la température de l'extrait aqueux dans le tube.

Immédiatement après la mise en route de la phase de conditionnement, replacer l'échantillon d'extrait aqueux au réfrigérateur.

Réaliser trois mesurages consécutifs du temps de chute de l'extrait aqueux.

Noter les résultats des trois mesurages au dixième de seconde près. Calculer la moyenne t_2 des trois mesurages et noter le résultat au dixième de seconde près.

NOTE On observe systématiquement une légère décroissance entre le premier et le troisième mesurage.

À la fin des trois mesurages, nettoyer le tube deux fois à l'eau (5.1) et deux fois à l'acétone (5.2) en utilisant une pompe à vide (6.1.2.9) pour accélérer chaque opération, puis sécher le tube à l'air comprimé (5.5).

Après chaque série de mesurages, et avant rangement, nettoyer le tube Ostwald avec le détergent (5.4). Rincer ensuite à l'eau (5.1) puis à l'acétone (5.2) et sécher le tube à l'air comprimé (5.5).

9.2.2 Mesurage par un viscosimètre rotatif

Après stabilisation du filtrat, réaliser trois mesurages de la viscosité de l'eau (5.1) à 30 °C .

Noter le résultat moyen, V_1 , au dixième de millipascal par seconde près.

Nettoyer le viscosimètre rotatif (6.9.2) à l'eau (5.1) et le sécher.

Réaliser trois mesurages de la viscosité de l'extrait aqueux à 30 °C .

Noter les résultats des deux mesurages au dixième de millipascal par seconde près. Calculer la moyenne, V_2 , au dixième de millipascal par seconde près.

Nettoyer le viscosimètre rotatif à l'eau désionisée et le sécher à l'air comprimé (5.5).

10 Détermination de la teneur en eau de l'échantillon

Déterminer la teneur en eau de l'échantillon broyé suivant la norme NF ISO 712 parallèlement à la mesure de la viscosité relative afin d'en tenir compte dans l'expression du résultat de viscosité spécifique.

11 Expression des résultats

Les valeurs de viscosité sont exprimées en viscosité spécifique (VS) à partir de la viscosité relative (VR).

11.1 Viscosité relative (VR)

11.1.1 Détermination par un viscosimètre capillaire

La viscosité relative, VR, est obtenue par l'équation suivante :

$$VR = \frac{t_2}{t_1}$$

où :

t_1 est le temps moyen d'écoulement de l'eau, exprimé en secondes ;

t_2 est le temps moyen d'écoulement de l'extrait aqueux, exprimé en secondes.

11.1.2 Détermination par un viscosimètre rotatif

La viscosité relative, VR, est obtenue par l'équation suivante

$$VR = \frac{\nu_2}{\nu_1}$$

où :

ν_1 est la viscosité moyenne de l'eau, exprimée en millipascals par seconde ;

ν_2 est la viscosité moyenne de l'extrait aqueux, exprimée en millipascals par seconde.

11.2 Détermination de la viscosité spécifique (VS)

La viscosité spécifique, VS, est obtenue par l'équation suivante :

$$VS = \frac{VR - 1}{\frac{m}{V}}$$

où :

VR est la viscosité relative déterminée en 11.1.1 ou 11.1.2 ;

m est la masse, en grammes, de matière sèche de la prise d'essai ;

V est le volume d'eau, en millilitres, ajouté à la prise d'essai pour l'extraction.

Les résultats sont exprimés en millilitres par gramme de matière sèche.

12 Fidélité

12.1 Essai interlaboratoires

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

12.2 Répétabilité

La différence absolue entre deux résultats d'essai 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 et dans un court intervalle de temps, ne dépassera une valeur limite que dans 5 % au plus des cas. Cette valeur limite est fonction de la valeur moyenne de la viscosité spécifique selon l'équation issue du graphique 1 (voir annexe B) :

$$\text{limite de répétabilité} = 0,2107 \times \text{valeur moyenne} - 0,1452$$

12.3 Reproductibilité

La différence absolue entre deux résultats d'essai individuels, obtenus à l'aide de la même méthode sur un matériau identique soumis à l'essai dans des laboratoires différents par les opérateurs différents utilisant des appareillages différents, ne dépassera une valeur limite que dans 5 % au plus des cas. Cette valeur limite est fonction de la valeur moyenne de la viscosité spécifique selon l'équation issue du graphique 1 (voir annexe B) :

$$\text{limite de reproductibilité} = 0,5491 \times \text{valeur moyenne} - 0,1075$$

Voir annexe C, les limites de répétabilité et reproductibilité calculées pour des viscosités spécifiques allant de 0,5 ml/g de matière sèche à 10,00 ml/g de matière sèche.

13 Rapport d'essai

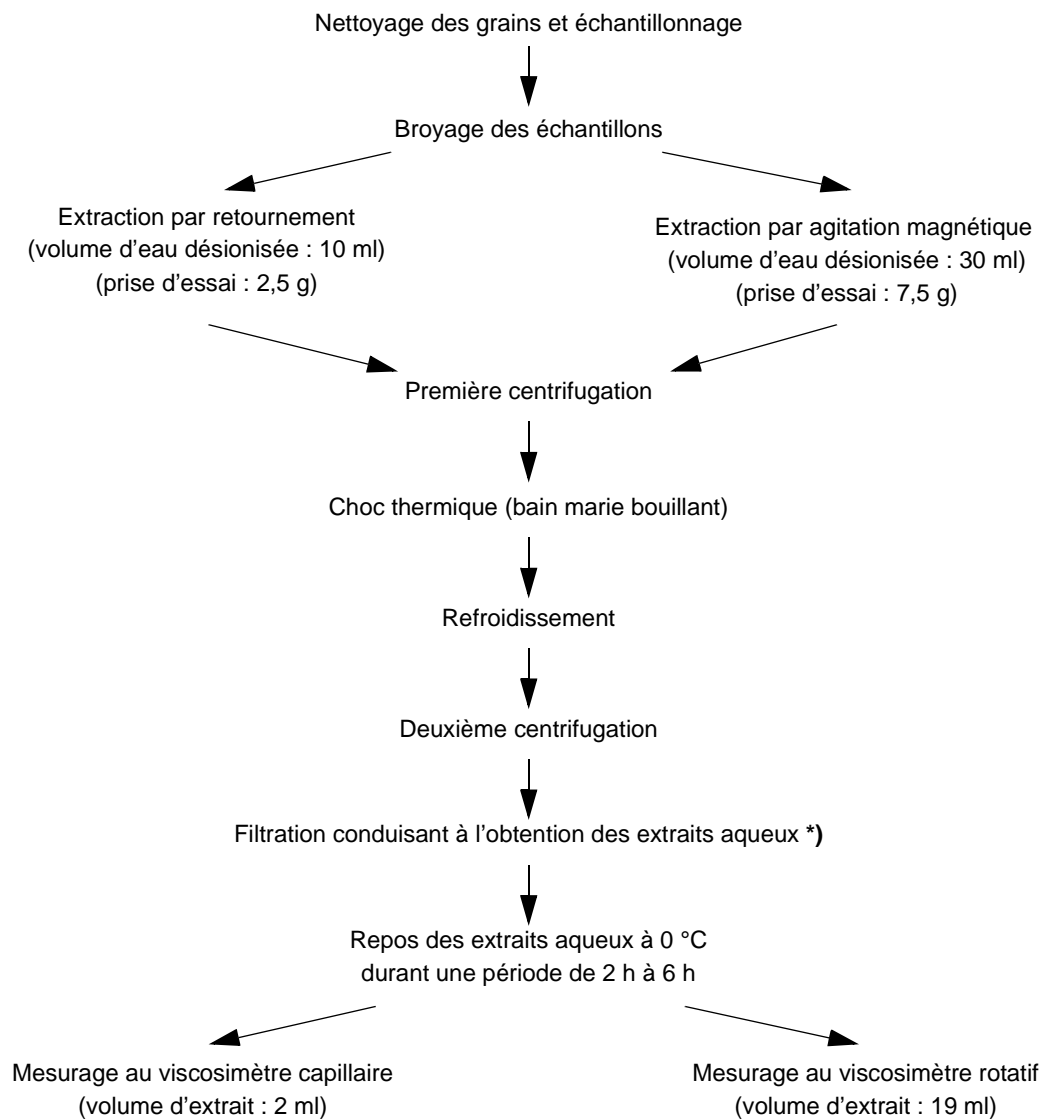
Le rapport d'essai doit indiquer :

- tous les renseignements nécessaires à l'identification complète de l'échantillon ;
- la méthode d'échantillonnage utilisée, si elle est connue ;
- la méthode d'essai utilisée, en précisant si l'on a utilisé un viscosimètre capillaire ou rotatif, avec la référence du présent document ;
- tous les détails opératoires, non prévus dans le présent document, ou considérés comme facultatifs, ainsi que les détails sur les incidents éventuels susceptibles d'avoir agi sur le(les) résultat(s) d'essai ;
- le (les) résultat(s) d'essai obtenu(s), et
- si la répétabilité a été vérifiée, le résultat final cité qui a été obtenu.

Annexe A

(informative)

Présentation des différentes phases de la méthode, avec différentes variantes possibles



*) Seuls les extraits obtenus en moins de 1 h 20 min auront leur viscosité mesurée.

Annexe B (informative)

Résultats des essais interlaboratoires

Un essai collaboratif impliquant 12 laboratoires dont 1 laboratoire anglais a porté sur 8 lots à base de blé et de triticale. Ces lots ont été constitués par le BIPEA à partir d'un lot de blé à faible viscosité (variété Isengrain), d'un lot de blé à forte viscosité (variété Rialto) et d'un lot de triticale à forte viscosité (variété Carnac) fournis par l'ITCF (tableau B.1).

Tableau B.1 — Constitution des lots analysés

	Lot 1	Lot 2	Lot 3	Lot 4	Lot 5	Lot 6	Lot 7	Lot 8
Blé Isengrain (%)	100	75	50	25	0	66,66	33,33	0
Blé Rialto (%)	0	25	50	75	100	0	0	0
Triticale Carnac (%)	0	0	0	0	0	33,33	66,66	100

L'essai a été organisé par l'IRTAC en septembre 1998. 11 laboratoires ont travaillé avec un viscosimètre capillaire et 2 laboratoires avec un viscosimètre rotatif.

Aucune différence significative n'est apparue dans la comparaison des résultats obtenus à partir des viscosimètre rotatif et capillaire dans le laboratoire ayant travaillé avec les deux appareils.

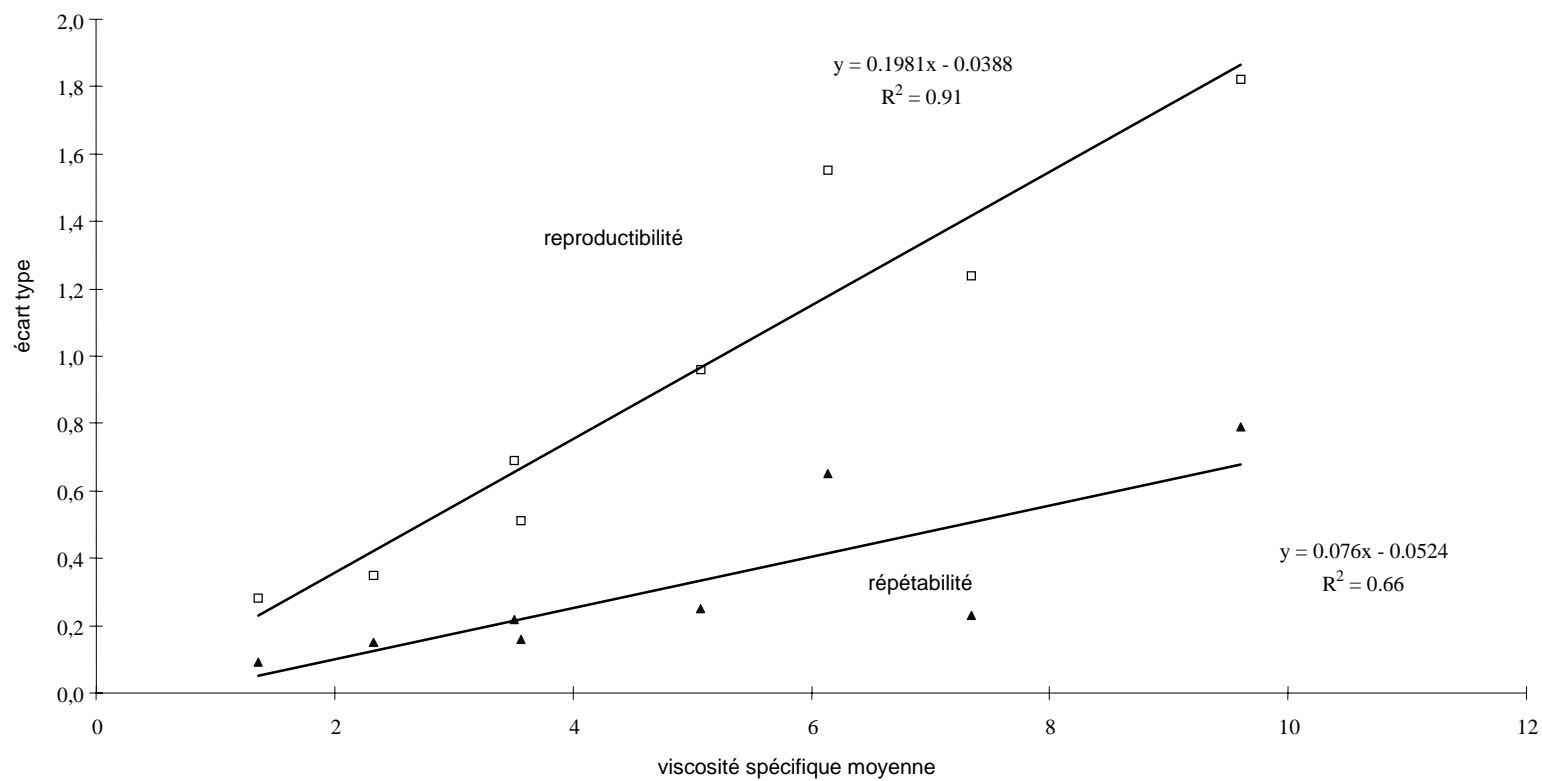
Les résultats obtenus dans l'essai interlaboratoires ont été soumis à une analyse statistique conformément à l'ISO 5725-1 et l'ISO 5725-2 pour donner les valeurs de fidélité indiquées dans le Tableau B.2.

REMARQUE Les résultats obtenus par le laboratoire qui a travaillé avec les viscosimètres capillaire et rotatif ont été considérés comme provenant de deux laboratoires distincts puisque les échantillons ont été traités de manière indépendante depuis la prise d'échantillon jusqu'à la mesure de viscosité.

Les résultats du Tableau B.1 montrent que les écart types de répétabilité et de reproductibilité sont fonction des valeurs moyennes de viscosité spécifique et ne sont donc pas constants. Les relations entre les écart types de répétabilité et de reproductibilité et les valeurs moyennes de viscosité peuvent être considérées comme linéaires (graphique 1).

Tableau B.2 — Résultats de viscosité spécifique obtenus lors de l'essai interlaboratoires

	Lot 1	Lot 2	Lot 3	Lot 4	Lot 5	Lot 6	Lot 7	Lot 8
Nombre de laboratoires retenus après élimination des laboratoires aberrants	12	11	12	12	11	11	12	11
Valeur moyenne, en ml/g MS	1,36	2,33	3,51	5,07	7,34	3,57	6,14	9,61
Écart-type de répétabilité, s_r , en ml/g MS	0,09	0,15	0,22	0,25	0,23	0,16	0,65	0,79
Coefficient de variation de répétabilité, %	6,62	6,44	6,27	4,93	3,13	4,48	10,59	8,22
Limite de répétabilité, r ($2,8 s_r$), en ml/g MS	0,25	0,42	0,61	0,69	0,64	0,44	1,80	2,19
Écart-type de reproductibilité, s_R , en ml/g MS	0,28	0,35	0,69	0,96	1,24	0,51	1,55	1,82
Coefficient de variation de reproductibilité, %	20,59	15,02	19,66	18,93	16,89	14,29	25,24	18,94
Limite de reproductibilité, R ($2,8 s_R$), en ml/g MS	0,78	0,97	1,91	2,66	3,44	1,41	4,30	5,04



Graphique 1 — Relations entre les écarts types et les valeurs moyennes de viscosité spécifique de l'essai interlaboratoires

Annexe C

(informative)

**Limites de répétabilité et de reproductibilité
des mesurages de viscosité spécifique du blé et du triticale**
(calculées à partir des formules données aux paragraphes 12.2 et 12.3)

Viscosité spécifique ml/g MS	Limite de répétabilité ml/g MS	Limite de reproductibilité ml/g MS
0,50	0,25	0,38
0,75	0,30	0,52
1,00	0,36	0,66
1,25	0,41	0,79
1,50	0,46	0,93
1,75	0,51	1,07
2,00	0,57	1,21
2,25	0,62	1,34
2,50	0,67	1,48
2,75	0,72	1,62
3,00	0,78	1,75
3,25	0,83	1,89
3,50	0,88	2,03
3,75	0,94	2,17
4,00	0,99	2,30
4,25	1,04	2,44
4,50	1,09	2,58
4,75	1,15	2,72
5,00	1,20	2,85
5,25	1,25	2,99
5,50	1,30	3,13
5,75	1,36	3,26
6,00	1,41	3,40
6,25	1,46	3,54
6,50	1,51	3,68
6,75	1,57	3,81
7,00	1,62	3,95
7,25	1,67	4,09
7,50	1,73	4,23
7,75	1,78	4,36
8,00	1,83	4,50
8,25	1,88	4,64
8,50	1,94	4,77
8,75	1,99	4,91
9,00	2,04	5,05
9,25	2,09	5,19
9,50	2,15	5,32
9,75	2,20	5,46
10,00	2,25	5,60

Bibliographie

- [1] NF ISO 13690, *Céréales, légumineuses et produits de mouture — Échantillonnage des lots statiques.* ²⁾
- [2] NF ISO 6644, *Céréales et produits de mouture des céréales — Échantillonnage automatique par des moyens mécaniques.* ³⁾
- [3] ISO 5725-1, *Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure — Partie 1 : Principes généraux et définitions.*
- [4] ISO 5725-2, *Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure — Partie 2 : Méthode de base pour la détermination de la répétabilité et de la reproductibilité d'une méthode de mesurage normalisée.*
- [5] Variabilité de la teneur en arabinoxylanes du blé. Rapport pour le programme Sypram 21. L. Saulnier, INRA Nantes (LBTG). Octobre 1993.
- [6] Protocole pour mesurer la viscosité de l'extrait aqueux des grains — Programme Sypram 21. F. Grosjean, ITCF. Novembre 1994.
- [7] Rapport de l'étude Sypram 21. F. Grosjean, ITCF. Juin 1996.
- [8] Article : L. Saulnier, N. Peneau, J.F. Thibault, 1995. Variability in grain extract viscosity and water-soluble arabinoxylan content in wheat. *J. Cereal Sci.*, 22, 259-264.
- [9] Article : F. Grosjean, L. Saulnier, M. Magnin, Marie Flatres, P. Le Pavé, C. Victoire, P. Maupetit, Marie-France Beaux, 1997. Variabilité de la viscosité de l'extrait aqueux des lots de blés français utilisés dans l'alimentation des volailles. 2èmes Journées de la Recherche Avicole, 41-46.
- [10] Article : F. Grosjean, L. Saulnier, P. Maupetit, Marie France Beaux, Marie Claire Flatres, M. Magnin, P. Le Pavé, C. Victoire, 1999. Variability of wheat and other cereal water extract viscosity : 1 - improvements in measuring viscosity. *J. Sci. Food Agric.* (79, 116-122).

2) À publier. Révision conjointe des normes ISO 950, ISO 951 et ISO 2170.

3) En cours de révision.

Color of Pasta—Reflectance Colorimeter Method

First approval October 8, 1976; Reapproval November 3, 1999

Objective

Visual observations do not give a precise or accurate specification of pasta color for many research and quality control purposes. When color must be expressed in terms of precise objective values, photoelectric reflectance colorimeters can be used. This method describes a procedure for expressing the color of pasta long goods with a reflectance colorimeter, in terms of relative brightness and yellowness, or a single-valued color score.

Apparatus

1. Precision photoelectric reflectance colorimeter equipped with tristimulus optical filters (primary colors—red, green, and blue).
2. White magnesium oxide 100% reflectance standard.
3. Black 0% reflectance standard (if not provided with instrument, a sheet of flat black photographic paper may be used).

Procedure

1. Calibrate reflectance colorimeter before reading color.
 - a. Place white MgO standard over entire viewing area of colorimeter; adjust instrument to read 100% reflectance on red, green, and blue scales (see Notes 1a and 2).
 - b. Similarly place black standard over viewing area and adjust colorimeter to read 0% reflectance for red, green, and blue scales.
 - c. Repeat steps a and b until no adjustment is necessary to read 0 and 100% with black and white standards, respectively.
2. Read color.
 - a. Cover entire viewing area of colorimeter with single layer of strands and hold strands firmly over viewing area with black 0% reflectance cover, so that sample is read against black background. See Note 1b.
 - b. Read percent reflectance on green and blue scales (Y and Z values, respectively). See Note 2.
3. Convert Y and Z values to brightness, $L\%$, and yellowness, $b\%$, values using the following equations:

$$\text{brightness, } L = 10\sqrt{Y}$$

$$\text{yellowness, } b = \frac{7(Y - Z\%)}{Y}$$

4. $L\%$ and $b\%$ may be reported directly as measure of color.
5. A single-value color score, expressing relative degree of color desirability, may be used on scale from 1 to 12, with 12 as best score. To convert $L\%$ and $b\%$ values to color scores, select appropriate color map (Figs. 1–5) and locate

Color of Pasta—Reflectance Colorimeter Method (continued)

point described by $L\%$ and $b\%$. Number corresponding to area on color map in which point is located is color score for sample. See Note 3.

Notes

1. The following precautions are necessary if reproducible results are to be obtained:

- A fresh surface on white MgO standard must be prepared daily.
- Strands must be straight, uniform in diameter, placed in a single layer with no overlapping, and read against a black background.

2. Standardized ceramic color tiles are available for calibrating instruments 3, 4, and 5. See Figs. 3–5. In addition, these instruments have direct-reading L and b scales so that no data conversion is necessary.

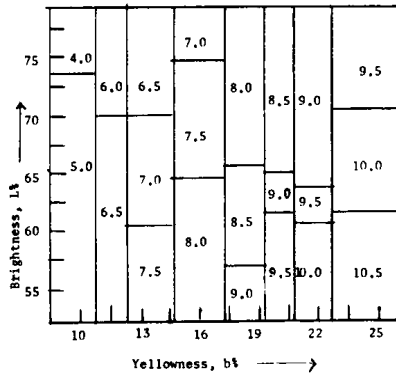


Fig. 1. Color map used to convert $L\%$ and $b\%$ values to spaghetti color scores. This map was derived for the Zeiss Ehepho Reflectance Photometer, Carl Zeiss, Oberkochen/Württ, Germany.

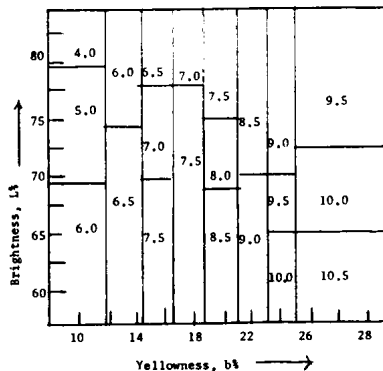


Fig. 2. Color map used to convert $L\%$ and $b\%$ values to spaghetti color scores. This map was derived for the Agtron Model M-500A Reflectance Spectrophotometer, Agtron, Sparks, NV 89431.

Color of Pasta—Reflectance Colorimeter Method (continued)

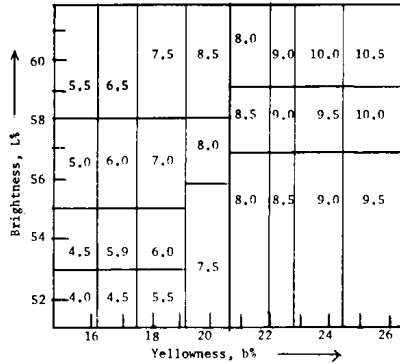


Fig. 3. Color map used to convert *L*% and *b*% values to spaghetti color scores. This map was derived for the Hunter Color Difference Meter, Model D25, Hunter Associates Laboratory, Inc., Reston, VA 22090.

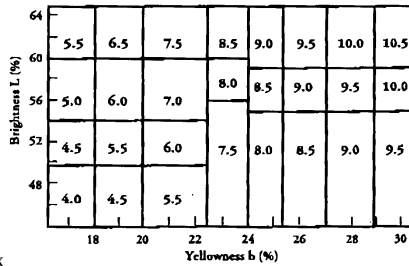


Fig. 4. Color map for the Minolta Color Difference Meter, model CR310. (From Debbouz, 1994)

3. The five color maps for locating color scores (Figs. 1–5) are accurate only for the specific models of instruments cited. Where an instrument other than the models listed is used, a new color map should be devised. This can be done by comparing *L*% and *b*% values obtained with the unlisted instrument against values for one of the listed instruments.

Color of Pasta—Reflectance Colorimeter Method (continued)

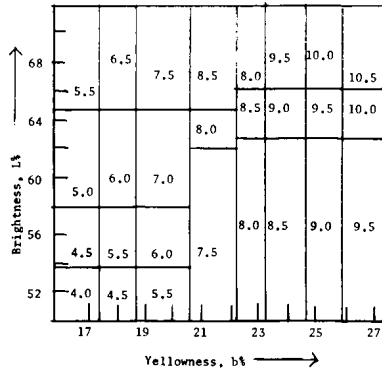


Fig. 5. Color map used to convert $L\%$ and $b\%$ values to spaghetti color scores. This map was derived for the Gardner Color Difference Meter (a model no longer supplied).

References

1. Daun, J. K. 1978. Mathematical model for estimating color of spaghetti and mustard flour. *Cereal Chem.* 55:692.
2. Debbouz, A. 1994. What's new in pasta color. *Pasta J.* Nov./Dec., p. 31.
3. Hardy, A. C. 1936. *Handbook of Colorimetry*. Technology Press, Mass. Inst. of Technology, Cambridge, MA.
4. Walsh, D. E. 1970. Measurement of spaghetti color. *Macaroni J.* 52(4):20.
5. Walsh, D. E., Gilles, K. A., and Shuey, W. C. 1969. Color determination of spaghetti by the tristimulus method. *Cereal Chem.* 46:7.