
Norme internationale



5379

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

Amidons, féculés et produits dérivés — Détermination de la teneur en dioxyde de soufre — Dosage acidimétrique et dosage par néphélémétrie

Starches and derived products — Determination of sulfur dioxide content — Acidimetric method and nephelometric method

Première édition — 1983-08-15

iteh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 5379:1983](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4845d6e4-efaa-49cb-9b0a-26a66f590d00/iso-5379-1983)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4845d6e4-efaa-49cb-9b0a-26a66f590d00/iso-5379-1983>

CDU 664.2 : 543.24 : 546.224-31

Réf. n° : ISO 5379-1983 (F)

Descripteurs : glucide, amidon, fécule, essai, dosage, anhydride sulfureux.

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 confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique correspondant. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO, participent également aux travaux.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes internationales par le Conseil de l'ISO.

La Norme internationale ISO 5379 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 93, *Amidon (amidons, féculés), dérivés et sous-produits*, et a été soumise aux comités membres en juin 1982.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée : <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4845d6e4-efaa-49cb-9b0a-26a66f590d00/iso-5379-1983>

Afrique du Sud, Rép. d'	Égypte, Rép. arabe d'	Pérou
Allemagne, R. F.	Espagne	Pologne
Australie	France	Roumanie
Canada	Iran	URSS
Chili	Mexique	USA
Corée, Rép. de	Pays-Bas	

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

Amidons, fécules et produits dérivés — Détermination de la teneur en dioxyde de soufre — Dosage acidimétrique et dosage par néphélométrie

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie deux méthodes de détermination de la teneur en dioxyde de soufre dans les amidons, fécules et leurs produits dérivés notamment, la méthode de dosage acidimétrique et la méthode de dosage par néphélométrie.

2 Références

ISO 1227, *Amidons, fécules, dérivés et sous-produits — Vocabulaire.*

ISO 5725, *Fidélité des méthodes d'essai — Détermination de la répétabilité et de la reproductibilité par essai interlaboratoires.*

3 Principe

Entraînement par un courant d'azote du dioxyde de soufre extrait du produit acidifié et chauffé, fixation et oxydation du dioxyde de soufre par barbotage dans une solution neutre diluée de peroxyde d'hydrogène. Titrage de l'acide sulfurique formé par une solution titrée d'hydroxyde de sodium, ou dosage néphélométrique dans le cas de faibles teneurs en dioxyde de soufre.

4 Dosage acidimétrique

4.1 Réactifs

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique reconnue et exempts de sulfates. L'eau doit être de l'eau distillée ou de l'eau de pureté au moins équivalente et récemment bouillie.

4.1.1 Azote, exempt d'oxygène.

4.1.2 Peroxyde d'hydrogène, solution contenant environ 9 à 10 g de H₂O₂ par litre.

Introduire 150 ml de solution de peroxyde d'hydrogène 20 volumes ou 30 ml de solution de peroxyde d'hydrogène à

30 % (m/m) (110 volumes) dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Ajuster au trait repère avec de l'eau.

NOTE — Cette solution doit être fraîchement préparée.

4.1.3 Acide chlorhydrique.

Introduire 150 ml d'acide chlorhydrique concentré, $\rho_{20} = 1,19$ g/ml, dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Ajuster au trait repère avec de l'eau.

4.1.4 Indicateur coloré, solution.

Dissoudre 100 mg de bleu de bromophénol [α , α -bis(3,5-dibromo-4-hydroxyphényl) toluène-2, α -sultone] dans 100 ml d'éthanol à 20 % (V/V).

4.1.5 Indicateur de Tashiro, solution.

Dissoudre 30 mg de rouge de méthyl [acide 2-[[4-(diméthylamino)phényl]azo] benzoïque] et 50 mg de bleu de méthylène [chlorure de 3,7-bis(diméthylamino)phénouthiazin-5-ium] dans 120 ml d'éthanol à 90 % (V/V). Amener à 200 ml avec de l'eau, mélanger et filtrer.

NOTE — L'indicateur de Tashiro (4.1.5) ne doit être utilisé que pour le titrage (4.3.4). L'indicateur coloré (4.1.4) convient pour la titrimétrie sans gêner l'application ultérieure de la méthode néphélométrique (voir chapitre 5). Cependant, avec cet indicateur, la détection du point final est plus difficile.

4.1.6 Hydroxyde de sodium, solution titrée, $c(\text{NaOH}) = 0,1$ mol/l¹⁾; ou

4.1.7 Hydroxyde de sodium, solution titrée, $c(\text{NaOH}) = 0,01$ mol/l.²⁾

De l'eau exempte de dioxyde de carbone est nécessaire pour un point final précis, ce qui implique la préparation de cette solution en refroidissant de l'eau distillée bouillie sous un courant d'azote.

NOTE — Il est recommandé d'utiliser la solution (4.1.6), et une burette à piston est utile pour de faibles volumes. Augmenter la masse de la prise d'essai, si nécessaire.

1) Jusqu'à présent désignée «solution titrée 0,1 N».

2) Jusqu'à présent désignée «solution titrée 0,01 N».

4.1.8 Iode, solution titrée, $c(I_2) = 0,01 \text{ mol/l}$.¹⁾

4.1.9 Amidon, solution à 5 g/l.

Dissoudre 0,5 g d'amidon de Lintner (voir ISO 1227) ou analogue dans 100 ml d'eau. Porter à ébullition tout en agitant. Ajouter 20 g de chlorure de sodium, continuer l'agitation et l'ébullition jusqu'à dissolution complète. Laisser refroidir à température ambiante avant utilisation.

4.1.10 Disulfite de potassium et sel disodique d'acide éthylène-diamine tétraacétique (EDTA).²⁾

Dissoudre 0,87 g de disulfite de potassium ($K_2S_2O_5$) et 0,20 g de dihydrogénééthylène-diamine tétraacétate disodique (Na_2H_2edta) dans l'eau. Transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Ajuster au trait repère avec de l'eau et mélanger.

4.2 Appareillage

L'appareillage en verre doit être muni de préférence de joints en verre rodé.

Matériel courant de laboratoire, et notamment :

4.2.1 Fioles jaugées à un trait, de 1 000 ml de capacité, conformes aux spécifications de l'ISO 1042, classe A.

4.2.2 Pipettes à un trait, de 0,1 — 1 — 2 — 3 — 5 et 20 ml de capacités, conformes aux spécifications de l'ISO 648, classe A.

4.2.3 Semi-microburette, de 10 ml de capacité, conforme aux spécifications de l'ISO 385/2, classe A.

4.2.4 Burettes, de 25 et 50 ml de capacités, conformes aux spécifications de l'ISO 385/2, classe A.

4.2.5 Balance analytique.

4.2.6 Agitateur magnétique, chauffant, efficace, adaptable au ballon (A) (voir 4.2.7.1).

4.2.7 Appareil à entraînement, tel que représenté à la figure³⁾ ou appareil équivalent, permettant le déplacement et l'entraînement du dioxyde de soufre et sa fixation sur la solution de peroxyde d'hydrogène.

NOTE — Éviter les connections au moyen de tubes entre le réfrigérant et les barboteurs, ce qui absorberait du dioxyde de soufre.

4.2.7.1 Composition de l'appareil

A : ballon à fond rond, de 250 ml ou de capacité supérieure, muni d'une tubulure rodée permettant l'introduction d'un thermomètre.

B : réfrigérant ascendant, très efficace, adaptable au ballon (A).

C : ampoule, adaptable au ballon (A).

D : arrivée d'azote, munie d'un absorbeur contenant une solution alcaline de pyrogallol.

E et E' : deux barboteurs en série, adaptables au réfrigérant (B).

F : thermomètre.

NOTE — Entre deux dosages, si l'entraînement est suffisamment lent et modéré, seul le ballon (A) est à nettoyer.

4.2.7.2 Essais de contrôle

L'appareil doit satisfaire aux essais de contrôle suivants :

4.2.7.2.1 Placer dans le ballon (A), 100 ml d'eau, puis procéder selon 4.3.3.

Le contenu des barboteurs doit rester neutre.

4.2.7.2.2 Effectuer les opérations suivantes :

a) Placer dans le ballon (A) 100 ml d'eau. Introduire, à l'aide d'une pipette (4.2.2), 20 ml de la solution (4.1.10). Effectuer l'entraînement et le dosage du dioxyde de soufre selon 4.3.3 et 4.3.4.

b) Dans une fiole conique de 100 ml (4.1), introduire à l'aide d'une pipette 20 ml de solution d'iode (4.1.8), 5 ml d'acide chlorhydrique (4.1.3) et 1 ml de solution d'amidon (4.1.9).

Titre à l'aide d'une burette (4.2.4) avec la solution (4.1.10) jusqu'à la première décoloration.

La différence entre les teneurs en dioxyde de soufre obtenues en a) et b) ne doit pas dépasser 1 % de leur moyenne arithmétique.

L'opération b) ne doit pas être effectuée plus de 15 min après avoir fini l'opération a), de manière à éviter un possible changement de la teneur en dioxyde de soufre de la solution de disulfite de potassium/ Na_2H_2edta .

1) Jusqu'à présent désignée «solution titrée 0,02 N».

2) Ce produit est destiné à protéger l'ion sulfite de l'oxydation par l'air, en complexant les traces d'ion cuivre.

3) Appareil du type Lieb et Zaccherl.

4.3 Mode opératoire

4.3.1 Préparation de l'échantillon pour essai

Rendre l'échantillon pour laboratoire bien homogène.

4.3.2 Prise d'essai

Peser, à 0,01 g près, une masse de l'échantillon pour essai (voir 4.3.1) selon le tableau suivant.

Teneur présumée en dioxyde de soufre mg/kg	Masse approximative de la prise d'essai g
< 50	100
50 à 200	50

Cette quantité peut être augmentée, notamment dans le cas du D-glucose.

Si la teneur est présumée être supérieure à 200 mg/kg, réduire en conséquence la prise d'essai, de telle sorte que celle-ci ne contienne pas plus de 10 mg de dioxyde de soufre et l'introduire quantitativement dans le ballon (A). Dans le cas de certains produits dérivés, la masse de la prise d'essai peut être déterminée par différence de pesée du récipient. Ajouter 100 ml d'eau à la prise d'essai¹⁾ et homogénéiser par agitation.

4.3.3 Entraînement

4.3.3.1 Placer dans l'ampoule (C) 50 ml d'acide chlorhydrique (4.1.3).

4.3.3.2 Dans chacun des barboteurs (E et E'), introduire à l'aide d'une pipette 3 ml de la solution de peroxyde d'hydrogène (4.1.2) et 0,1 ml de la solution d'indicateur coloré (4.1.4) (voir la note en 4.1.5), et neutraliser la solution de peroxyde d'hydrogène par la solution d'hydroxyde de sodium (4.1.7).

4.3.3.3 Adapter le réfrigérant ascendant (B) et les barboteurs (E et E') à l'appareil; faire circuler lentement un courant d'azote pour chasser l'air contenu dans l'ensemble du dispositif. Mettre en route l'écoulement d'eau vers le réfrigérant.

4.3.3.4 Faire s'écouler dans le ballon (A) l'acide chlorhydrique contenu dans l'ampoule (C) (si nécessaire, interrompre un instant le courant d'azote).

4.3.3.5 Porter le mélange à ébullition en 30 min. L'y maintenir durant 30 min, sous courant d'azote, en utilisant l'agitateur (4.2.6).

4.3.4 Titrage

Ajouter quantitativement le contenu du deuxième barboteur (E') dans le premier et titrer l'acide sulfurique formé par une solution d'hydroxyde de sodium à 0,01 mol/l (4.1.7) ou à 0,1 mol/l (4.1.6), selon la teneur présumée en dioxyde de soufre.

NOTE — Faire bouillir pendant 2 minutes et refroidir à température ambiante avant titrage quand le point final n'est pas précis à cause de la présence d'acides organiques volatils.

4.3.5 Vérification

Si le volume V est inférieur à 5 ml dans le cas d'utilisation de la solution d'hydroxyde de sodium à 0,01 mol/l ou à 0,5 ml dans le cas d'utilisation de la solution d'hydroxyde de sodium à 0,1 mol/l, effectuer le dosage par néphélométrie (voir chapitre 5).

4.3.6 Nombre de déterminations

Effectuer deux déterminations sur le même échantillon pour essai (4.3.1).

4.4 Expression des résultats

4.4.1 Mode de calcul et formule

Dans le cas où le dosage par néphélométrie n'est pas nécessaire (voir 4.3.5), la teneur en dioxyde de soufre, exprimée en milligrammes par kilogramme d'échantillon, est donnée par la formule

$$\frac{0,3203 \times V \times 1000}{m_0} = \frac{320,3 \times V}{m_0}$$

où

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai (4.3.2);

V est le volume, en millilitres, de la solution à 0,01 mol/l (4.1.7) ou 10 fois le volume de la solution à 0,1 mol/l (4.1.6) d'hydroxyde de sodium utilisé.

Prendre comme résultat la moyenne arithmétique des valeurs obtenues dans les deux déterminations (4.3.6) si les conditions de répétabilité (voir 4.4.2) sont remplies.

4.4.2 Répétabilité²⁾

La différence absolue entre les résultats de deux déterminations, effectuées simultanément ou rapidement l'une après l'autre par le même analyste sur le même échantillon pour essai, ne doit pas dépasser 5 % de la valeur moyenne de ces deux déterminations.

1) Dans le cas de prise d'essai supérieure à 100 g (par exemple D-glucose), la quantité d'eau ajoutée doit être égale à la prise d'essai.

2) Voir ISO 5725.

4.4.3 Reproductibilité¹⁾

La différence entre les résultats de deux déterminations, effectuées dans des laboratoires différents sur le même échantillon pour essai, ne doit pas dépasser 10 % de la valeur moyenne de ces deux déterminations.

5 Dosage par néphélométrie

Lorsque le volume V est inférieur à 5 ml, dans le cas d'utilisation de la solution d'hydroxyde de sodium à 0,01 mol/l, ou à 0,5 ml dans le cas de la solution d'hydroxyde de sodium à 0,1 mol/l, le dosage par néphélométrie est seul valable. Pour une prise d'essai de 100 g, cette limite de 5 ml correspond à une teneur en dioxyde de soufre de 16 mg/kg.

Au dessus de cette limite, le dosage acidimétrique est suffisant.

5.1 Réactifs

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique reconnue et exempts de sulfates. L'eau doit être de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente et récemment bouillie.

5.1.1 Acide sulfurique, solution étalon.

Dans une fiole jaugée de 1 000 ml (5.2.1), introduire 31,2 ml de solution titrée d'acide sulfurique à 0,1 mol/l et ajuster au trait repère avec de l'eau.

1 ml de cette solution équivaut à 0,1 mg de SO_2 .

5.1.2 Polyvinyl-pyrrolidone, solution.

Dans une fiole jaugée de 100 ml (5.2.1) dissoudre 5,0 g de polyvinyl-pyrrolidone (masse moléculaire relative 44 000 ou 85 000) dans de l'eau. Ajuster au trait repère et mélanger. Filtrer à travers un papier filtre très fin et entreposer dans un flacon en verre brun.

NOTE — La solution doit être préparée chaque semaine.

5.1.3 Chlorure de baryum, solution de réserve.

Dans une fiole jaugée de 1 000 ml (5.2.1), dissoudre 122,14 g de chlorure de baryum dihydraté ($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) dans de l'eau. Ajuster au trait repère et mélanger. Filtrer à travers un papier filtre très fin.

5.1.4 Solution mixte.

Introduire dans un flacon de 100 ml (5.2.4) 15 ml de solution de chlorure de baryum (5.1.3)²⁾, 64 ml d'eau, 15 ml d'éthanol à 95 % (V/V)²⁾ et 5 ml de solution de polyvinyl-pyrrolidone (5.1.2)²⁾.

Mélanger et amener la température du mélange à 20 °C à l'aide d'un bain d'eau (5.2.3). 30 min avant de commencer une série d'essais, ajouter à l'aide d'une pipette 1 ml de solution d'acide sulfurique (5.1.1). Mélanger soigneusement.

5.2 Appareillage

5.2.1 Fioles jaugées à un trait, de 50, 100 et 1 000 ml de capacités, conformes aux spécifications de l'ISO 1042, classe A.

5.2.2 Pipettes ou burettes, permettant de délivrer 2 — 4 — 8 — 12 — 16 et 25 ml.

5.2.3 Bain d'eau, réglé à 20 ± 1 °C.

5.2.4 Flacon, de 100 ml de capacité, muni d'un bouchon en verre rodé.

5.2.5 Spectromètre, permettant de faire des mesures à 650 nm de longueur d'onde, équipé de cuves dont le parcours optique est de 10 mm.

5.3 Mode opératoire

5.3.1 Courbe d'étalonnage

Dans six fioles jaugées de 50 ml (5.2.1), introduire 0 — 2 — 4 — 8 — 12 et 16 ml de solution étalon d'acide sulfurique (5.1.1), 20 ml d'eau, 0,1 ml de solution d'indicateur coloré (4.1.4), 1 ml d'acide chlorhydrique (4.1.3) et 5 ml de solution mixte (5.1.4), correspondant à 0 — 0,2 — 0,4 — 0,8 — 1,2 et 1,6 mg de dioxyde de soufre. Ajuster au trait repère avec de l'eau, homogénéiser.

Entre 15 et 20 min après avoir ajouté le réactif (5.1.4), mesurer l'absorbance à 650 nm avec le spectromètre (5.2.5).

Tracer une courbe d'étalonnage en portant les absorbances mesurées en fonction des masses de dioxyde de soufre, en milligrammes.

5.3.2 Détermination

Après titrage (4.3.4), verser le contenu du barboteur et les eaux ayant servi à son lavage dans une fiole jaugée de 50 ml (5.2.1), ajouter 1 ml d'acide chlorhydrique (4.1.3) et 5 ml de la solution mixte (5.1.4). Ajuster au trait repère avec de l'eau et homogénéiser.

Entre 15 et 20 min après avoir ajouté le réactif (5.1.4) mesurer l'absorbance à 650 nm à l'aide du spectromètre (5.2.5).

NOTE — L'étalonnage et la détermination doivent être effectués à la même température, celle-ci ne doit cependant pas dépasser 25 ± 1 °C.

1) Voir ISO 5725.

2) En utilisant une pipette.

5.3.3 Nombre de déterminations

Effectuer la détermination sur les deux solutions, titrées en 4.3.4.

m_1 est la masse, en milligrammes, de dioxyde de soufre, correspondant à l'absorbance mesurée en 5.3.2 et lue sur la courbe d'étalonnage.

Prendre comme résultat la moyenne arithmétique des valeurs obtenues dans les deux déterminations (5.3.3).

5.4 Expression des résultats

La teneur en dioxyde de soufre, exprimée en milligrammes par kilogramme d'échantillon, est donnée par la formule

$$\frac{m_1 \times 1\,000}{m_0}$$

où

m_0 a la même signification qu'en 4.4.1;

6 Procès-verbal d'essai

Le procès-verbal d'essai doit indiquer la méthode utilisée et le résultat obtenu, en précisant clairement le mode d'expression utilisé. Il doit, en outre, mentionner tous les détails opératoires non prévus dans la présente Norme internationale ou facultatifs, ainsi que les incidents éventuels susceptibles d'avoir agi sur le résultat.

Le procès-verbal d'essai doit donner tous les renseignements nécessaires à l'identification complète de l'échantillon.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 5379:1983](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4845d6e4-efaa-49cb-9b0a-26a66f590d00/iso-5379-1983)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4845d6e4-efaa-49cb-9b0a-26a66f590d00/iso-5379-1983>

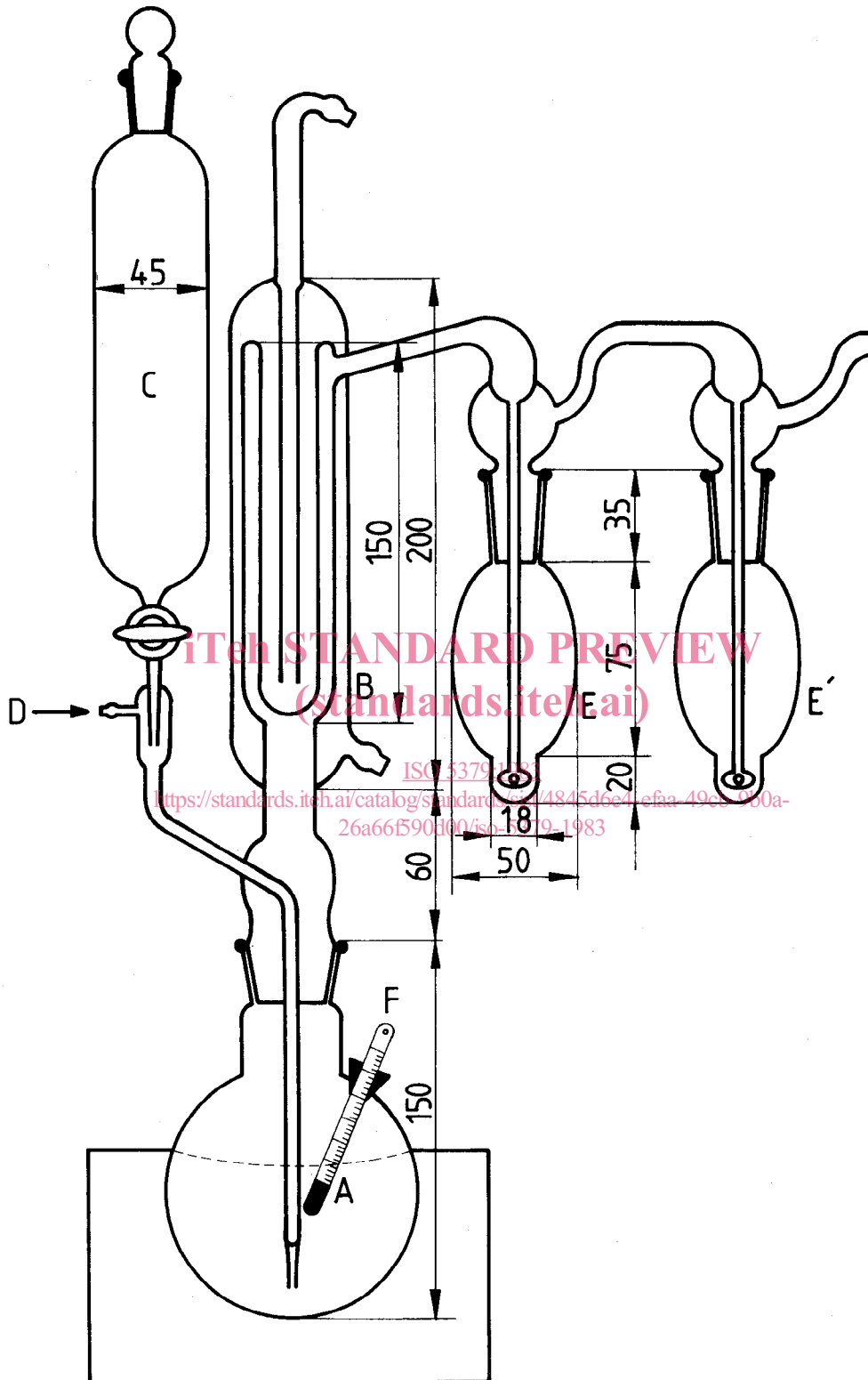


Figure — Schéma d'un appareil à entraînement