
NORME INTERNATIONALE 5519

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

Fruits, légumes et produits dérivés – Détermination de la teneur en acide sorbique

Fruits, vegetables and derived products – Determination of sorbic acid content

iTeh STANDARD PREVIEW

Première édition – 1978-09-01

(standards.iteh.ai)

[ISO 5519:1978](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/44326c35-f5c5-49d4-bdf0-d7a083270c89/iso-5519-1978>

CDU 634.1/635 : 547.295.2 : 543.42

Réf. n° : ISO 5519-1978 (F)

Descripteurs : fruit, légume, produit dérivé des fruits et légumes, analyse chimique, dosage, acide diéthylénique, méthode spectrophotométrique, méthode colorimétrique.

Prix basé sur 6 pages

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 5519 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits agricoles alimentaires*, et a été soumise aux comités membres en mars 1977.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée : [ISO 5519:1978](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/44326c35-f5c5-49d4-bdf0-d7a083270c87/iso-5519-1978)

Afrique du Sud, Rép. d'	Espagne	Nouvelle-Zélande
Allemagne	France	Pologne
Australie	Ghana	Portugal
Autriche	Hongrie	Roumanie
Bulgarie	Inde	Tchécoslovaquie
Canada	Iran	Thaïlande
Corée, Rép. de	Israël	Turquie
Égypte, Rép. arabe d'	Mexique	Yougoslavie

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

Fruits, légumes et produits dérivés – Détermination de la teneur en acide sorbique

0 INTRODUCTION

La détermination de la teneur en acide sorbique des fruits, des légumes et des produits dérivés, a fait l'objet de nombreux travaux depuis l'utilisation de cet acide comme anti-fongique, en particulier dans les vins. Étant donné sa grande volatilité (très proche de celle de l'acide acétique), le procédé d'extraction le plus simple est son entraînement par la vapeur d'eau. Ce procédé a l'avantage de permettre d'obtenir une solution aqueuse presque pure d'acide sorbique.

Deux techniques de détermination de la quantité d'acide sorbique contenu dans cette solution sont décrites dans la présente Norme internationale, à savoir :

Technique A : spectrophotométrie dans l'ultraviolet effectuée après oxydation du dioxyde de soufre qui générerait la détermination. L'oxydation se fait spontanément en quelques minutes à l'air par addition d'une trace de catalyseur cuivrique.

Les huiles essentielles naturelles des aurantiacées ne gênent pas la détermination tant qu'elles s'y trouvent aux teneurs faibles présentées par les jus non enrichis en huiles essentielles. Lorsque ces huiles essentielles sont présentes en quantités importantes, on peut les éliminer préalablement selon le même procédé que celui appliqué pour la technique B.

Technique B : colorimétrie basée sur la réaction de Schmidt, nécessitant l'élimination de l'éthanol et des huiles essentielles par évaporation d'une partie aliquote du distillat. Moins rapide que la technique A mais donnant des résultats comparables, elle est prévue pour les utilisateurs qui ne possèdent pas de spectrophotomètre permettant des mesures dans l'ultraviolet.

L'interférence due aux huiles essentielles d'ail, d'oignon ou de poireau, peut être éliminée, dans les deux techniques, par évaporation d'une partie aliquote du distillat.

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme internationale spécifie une méthode

d'extraction de l'acide sorbique présent dans les fruits, les légumes et les produits dérivés et deux techniques de détermination de l'acide sorbique extrait.

2 PRINCIPE

Après homogénéisation du produit, entraînement quantitatif de l'acide sorbique par la vapeur d'eau et détermination de cet acide dans le distillat obtenu, soit par spectrophotométrie dans l'ultraviolet (technique A), soit par mesurage, au moyen d'un photocolorimètre ou d'un spectrophotomètre, de la coloration rose obtenue après oxydation par une solution sulfochromique puis traitement par de l'acide thiobarbiturique (technique B).

3 RÉACTIFS

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique reconnue. L'eau utilisée doit être de l'eau distillée ou de l'eau de pureté au moins équivalente.

3.1 Acide tartrique, cristallisé.

3.2 Acide sorbique, solution étalon à 0,010 g/l, préparée selon l'une des méthodes suivantes (3.2.1 ou 3.2.2).

3.2.1 Dissoudre 0,100 g d'acide sorbique dans 10 à 12 ml d'une solution d'hydroxyde de sodium 0,1 N. Transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 1 000 ml et compléter au trait repère avec de l'eau.

Introduire 100 ml de la solution obtenue dans une deuxième fiole jaugée de 1 000 ml et compléter au trait repère avec de l'eau.

3.2.2 Dans une fiole jaugée de 1 000 ml, dissoudre 134 mg de sorbate de potassium dans de l'eau et compléter au trait repère avec de l'eau.

Introduire 100 ml de la solution obtenue dans une deuxième fiole jaugée de 1 000 ml et compléter au trait repère avec de l'eau.

3.3 Hydroxyde de calcium (si nécessaire), solution environ 0,04 N.

Pour la technique A :

3.4 Catalyseur cuivrique, solution.

Dans une fiole jaugée de 1 000 ml, dissoudre, dans un peu d'eau,

0,5 g d'hydrogénocarbonate de sodium, et

0,001 g de sulfate de cuivre(II) pentahydraté ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$).

Compléter au trait repère avec de l'eau.

Pour la technique B :

3.5 Solution sulfochromique.

Dissoudre 0,050 g de dichromate de potassium dans environ 90 ml d'eau. Transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 200 ml. Ajouter 100 ml d'une solution d'acide sulfurique 0,3 N. Compléter au trait repère avec de l'eau.

(1 litre de solution d'acide sulfurique 0,3 N contient 14,7 g d'acide sulfurique, soit 8,4 ml d'acide sulfurique ρ_{20} 1,84 g/ml.)

3.6 Acide thiobarbiturique, solution.

Dissoudre 0,500 g d'acide thiobarbiturique dans 50 ml d'eau additionnée de 10 ml d'une solution d'hydroxyde de sodium 1 N. Transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 100 ml, ajouter 11 ml d'une solution d'acide chlorhydrique 1 N. Compléter au trait repère avec de l'eau.

Cette solution n'est pas stable et doit être utilisée dans les 5 h qui suivent sa préparation.

4 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et notamment :

4.1 Balance analytique (si nécessaire).

4.2 Homogénéisateur ou mortier, selon le cas.

4.3 Bain d'eau bouillante (si nécessaire).

4.4 Appareil d'entraînement par la vapeur d'eau (voir la figure), comprenant les éléments mentionnés de 4.4.1 à 4.4.5.

4.4.1 Ballon générateur de vapeur d'eau, de 1 000 à 1 500 ml de capacité.

4.4.2 Barboteur, constitué par un tube cylindrique de 30 mm de diamètre et de 270 mm de hauteur, dont la partie inférieure est fermée et élargie en une sphère de 60 mm de diamètre. Le tube d'amenée de la vapeur doit

déboucher à 10 mm du fond du barboteur. Le tube cylindrique dans lequel est placé le produit est chauffé soit électriquement, soit par une flamme en écartant les gaz brûlés par un disque de tôle de 150 mm de diamètre, présentant un orifice d'environ 40 mm de diamètre dans lequel le fond du tube barboteur est engagé. Ce dernier dispositif évite la pyrogénéation des matières extractibles du produit. Ce chauffage auxiliaire doit être réglé de manière que le volume du produit placé dans le barboteur ne diminue, ni n'augmente, de plus de 5 ml au cours de l'entraînement.

4.4.3 Colonne rectificatrice, où passe la vapeur chargée d'acides volatils. Elle est constituée par l'un des dispositifs suivants :

- un tube cylindrique, de 20 mm de diamètre et de 500 mm de hauteur, contenant une hélice en toile d'acier inoxydable plissé n° 100 au pas de 15 mm;
- une colonne à pointes internes en verre, de 20 mm de diamètre et de 600 mm de hauteur;
- tout autre dispositif présentant la même efficacité de rectification.

NOTE — La rectification de la vapeur est indispensable pour retenir l'hydroxyméthylfurfural lorsqu'il est présent. Cette substance et ses produits d'hydrolyse absorbent les radiations ultraviolettes à 256 nm. La colonne rectificatrice peut être réduite à 200 mm de hauteur ou remplacée par un ballon de Kjeldahl, lorsque le produit est exempt d'hydroxyméthylfurfural.

4.4.4 Réfrigérant, du type West, de 400 mm de longueur réelle et conforme aux spécifications de l'ISO 4799, placé verticalement pour assurer la condensation de la vapeur et le refroidissement complet du distillat.

4.4.5 Ballon récepteur, selon le cas :

- *produits liquides* : ballon de 200 ml, muni d'un trait repère à 200 ml;
- *produits épais ou solides* : ballon de 500 ml.

4.4.6 Contrôle de l'efficacité de l'appareil d'entraînement

L'appareil d'entraînement (4.4) doit permettre de recueillir 300 ml de distillat en 12 à 15 min et répondre aux conditions minimales suivantes :

- a) dans des conditions normales de distillation, 99,5 % d'une quantité connue d'acide acétique ajoutée à l'échantillon doivent se retrouver dans le distillat qui doit être de 200 ml. Pour cet essai, utiliser 20 ml d'une solution d'acide acétique 0,1 N;
- b) dans les mêmes conditions de distillation, pas plus de 5 parties pour mille d'une quantité connue d'acide lactique ajoutée à l'échantillon ne doivent se retrouver dans le distillat qui doit être de 200 ml. Pour cet essai, utiliser 20 ml d'une solution d'acide lactique 1 N.

4.5 Pipettes, de 10, 20 et 25 ml de capacité, conformes à l'ISO 648.

4.6 Pipettes graduées, de capacités appropriées, conformes à l'ISO/R 835.

Pour la technique A :

4.7 Fioles coniques, de 50 ml de capacité.

4.8 Spectrophotomètre, permettant des mesurages à une longueur d'onde de 256 nm (ultraviolet), avec **cuves en silice** de 10 mm de parcours optique.

Pour la technique B :

4.9 Fioles jaugées, de 25 ml de capacité, conformes à l'ISO 1042.

4.10 Photocolorimètre, équipé d'un filtre vert, ou **spectrophotomètre**, permettant des mesurages à une longueur d'onde de 532 nm.

5 MODE OPÉRATOIRE

5.1 Préparation de l'échantillon pour essai

5.1.1 Produits liquides (jus, produits pulpeux fluides, sirops) et **produits épais** (marmelades, confitures)

Homogénéiser l'échantillon pour laboratoire après l'avoir soigneusement mélangé.

5.1.2 Produits solides (fruits, légumes)

Couper une partie de l'échantillon pour laboratoire en petits morceaux, retirer les noyaux et les loges carpellaires si nécessaire. Prélever environ 40 g du produit et les broyer dans l'homogénéisateur ou le mortier (4.2).

Les produits congelés ou surgelés doivent être d'abord décongelés en vase clos, et le liquide formé au cours de la décongélation doit être ajouté au produit avant l'homogénéisation.

5.2 Prise d'essai

5.2.1 Produits liquides

Prélever, à l'aide d'une pipette (4.5), 10 ml de l'échantillon pour essai (5.1) et les introduire dans le barboteur (4.4.2).

NOTE — Le prélèvement peut également être effectué en masse, en pesant, à 0,01 g près, environ 10 g de l'échantillon pour essai.

5.2.2 Produits épais ou solides

Peser, à 0,01 g près, environ 10 g de l'échantillon pour essai (5.1) et les introduire dans le barboteur (4.4.2) avec le minimum d'eau nécessaire pour entraîner la totalité de la prise d'essai et rendre le mélange suffisamment fluide.

NOTE — Dans certains cas, il y a lieu de laisser macérer la prise d'essai dans de l'eau durant 1 à 2 h.

5.3 Distillation

Introduire 0,5 g de l'acide tartrique (3.1) dans le barboteur (4.4.2) contenant la prise d'essai (5.2). Relier le barboteur au ballon (4.4.1) et au réfrigérant (4.4.4), et chauffer simultanément le ballon et le barboteur; conduire la distillation en veillant à ce que le volume du contenu du barboteur reste constant à ± 5 ml.

5.3.1 Cas des produits liquides (voir 5.2.1)

Recueillir le distillat dans le ballon récepteur de 200 ml (4.4.5), en arrêtant la distillation lorsque le trait repère à 200 ml est atteint.

5.3.2 Cas des produits épais ou solides (voir 5.2.2)

Recueillir le distillat dans le ballon de 500 ml (4.4.5), en poursuivant la distillation jusqu'à l'obtention d'un volume de distillat au moins égal à 20 fois le volume du contenu du barboteur. Mesurer le volume, V , de distillat recueilli, à l'aide d'une éprouvette graduée.

5.4 Technique A : Détermination par spectrophotométrie dans l'ultraviolet

5.4.1 Détermination

5.4.1.1 Si le produit initial contient des huiles essentielles d'ail, d'oignon ou de poireau, la présence de ces huiles essentielles provoque une absorbance non négligeable, surtout dans le cas de l'ail. Une évaporation poussée¹⁾ du distillat, après alcalinisation, permet d'annuler cette absorbance.

Par conséquent, lorsque ces huiles essentielles sont présentes, prélever, à l'aide d'une pipette (4.5), 25 ml du distillat (5.3) et les introduire dans une petite capsule; alcaliniser au moyen de 1,5 à 2 ml de la solution d'hydroxyde de calcium (3.3), évaporer jusqu'à siccité sur le bain d'eau bouillante (4.3) et reprendre par de l'eau en rétablissant le volume initial.

5.4.1.2 Prélever, à l'aide d'une pipette (4.5), selon le cas, 10 ml (voir la note) du distillat (5.3) ou de la solution reconstituée (5.4.1.1), les introduire dans une fiole conique de 50 ml (4.7) et ajouter 10 ml de la solution de catalyseur cuivrique (3.4). Agiter un instant et laisser en contact avec l'air durant quelques minutes.

NOTE — Le volume de 10 ml est prévu pour des produits contenant au plus 200 mg d'acide sorbique par litre ou par kilogramme. Pour des teneurs plus élevées, prélever seulement 5 ou 2 ml et amener à 10 ml avec de l'eau.

Mesurer, au moyen du spectrophotomètre (4.8), l'absorbance de la solution à une longueur d'onde de 256 nm.

Soustraire de la valeur trouvée l'absorbance de la solution de l'essai à blanc (5.4.2).

1) L'évaporation jusqu'à siccité ne détruit pas l'acide sorbique si l'alcalinisation est suffisante.

5.4.2 Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc parallèlement à la détermination, mais en remplaçant les 10 ml du distillat par 10 ml d'eau.

5.4.3 Nombre de déterminations

Effectuer deux déterminations sur le même échantillon pour essai (5.1).

5.4.4 Établissement de la courbe d'étalonnage

5.4.4.1 Dans une série de six fioles coniques de 50 ml (4.7), introduire respectivement, à l'aide d'une pipette graduée (4.6),

0 – 1 – 2 – 3 – 5 et 10 ml de la solution étalon d'acide sorbique (3.2); amener le volume à 10 ml en ajoutant :

10 – 9 – 8 – 7 – 5 et 0 ml d'eau. Les solutions obtenues contiennent :

0 – 1 – 2 – 3 – 5 et 10 mg d'acide sorbique par litre.

5.4.4.2 Ajouter, dans chaque fiole, 10 ml de la solution de catalyseur cuivrique (3.4).

Mesurer, au moyen du spectrophotomètre (4.8), les absorbances des solutions à une longueur d'onde de 256 nm.

Soustraire des valeurs trouvées l'absorbance de la solution de l'essai à blanc (5.4.2).

5.4.4.3 Tracer la courbe d'étalonnage donnant l'absorbance des solutions (5.4.4.2) en fonction de la concentration en acide sorbique des solutions obtenues en 5.4.4.1, c'est-à-dire avant addition de la solution de catalyseur cuivrique (3.4), exprimée en milligrammes par litre.

5.5 Technique B : Détermination par photocolorimétrie ou par spectrophotométrie à 532 nm

5.5.1 Détermination

5.5.1.1 Si le produit initial contient de l'éthanol, l'éliminer du distillat selon le procédé suivant :

Prélever, à l'aide d'une pipette (4.5), 25 ml du distillat (5.3) et les introduire dans une petite capsule; alcaliniser au moyen de 1,5 à 2 ml de la solution d'hydroxyde de calcium (3.3); placer la capsule sur le bain d'eau bouillante (4.3) et évaporer jusqu'à réduction du volume à la moitié ce qui demande environ 30 min. Transvaser quantitativement le résidu dans une fiole jaugée de 25 ml. Compléter au trait repère avec les eaux de rinçage de la capsule. Agiter.

5.5.1.2 Si le produit initial contient des huiles essentielles (cas des jus d'agrumes), les éliminer du distillat selon le même procédé que celui décrit en 5.5.1.1, mais en prolongeant l'évaporation de façon à aboutir à un volume de 1 à 2 ml.

5.5.1.3 Si le produit initial contient des huiles essentielles d'ail, d'oignon ou de poireau, procéder comme indiqué en 5.4.1.1.

NOTE — Dans le cas de l'ail, même en évaporant jusqu'à siccité, il subsiste une très légère absorbance correspondant à 1,5 mg d'acide sorbique par kilogramme.

5.5.1.4 Prélever, à l'aide d'une pipette (4.5), selon le cas, 10 ml (voir la note) du distillat (5.3) ou de la solution reconstituée obtenue après traitement (5.5.1.1, 5.5.1.2 ou 5.5.1.3), et les introduire dans une fiole jaugée de 25 ml (4.9).

NOTE — Le volume de 10 ml est prévu pour des produits contenant au plus 200 mg d'acide sorbique par litre ou par kilogramme. Pour des teneurs plus élevées, prélever seulement 5 ou 2 ml et amener à 10 ml avec de l'eau.

Ajouter 4 ml de la solution sulfochromique (3.5) et maintenir la fiole durant 10 min dans le bain d'eau bouillante (4.3).

Ajouter 4 ml de la solution d'acide thiobarbiturique (3.6) et maintenir la fiole durant encore 20 min dans le bain d'eau bouillante; une coloration rose se développe. Refroidir dans un bain d'eau glacée et compléter au trait repère avec de l'eau.

Dans les 30 min qui suivent, mesurer, au moyen du photocolorimètre ou du spectrophotomètre (4.10), l'absorbance de la solution à une longueur d'onde de 532 nm.

Soustraire de la valeur trouvée l'absorbance de la solution de l'essai à blanc (5.5.2).

5.5.2 Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc parallèlement à la détermination, mais en remplaçant les 10 ml du distillat par 10 ml d'eau.

5.5.3 Nombre de déterminations

Effectuer deux déterminations sur le même échantillon pour essai (5.1).

5.5.4 Établissement de la courbe d'étalonnage

5.5.4.1 Préparer une solution étalon diluée d'acide sorbique à 2,0 mg/l avec 1 volume de la solution étalon (3.2) et 4 volumes d'eau.

5.5.4.2 Dans une série de six fioles jaugées de 25 ml (4.9), introduire respectivement, à l'aide d'une pipette graduée (4.6),

0 – 2 – 4 – 6 – 8 et 10 ml de la solution étalon diluée d'acide sorbique (5.5.4.1); amener le volume à 10 ml en ajoutant :

10 – 8 – 6 – 4 – 2 et 0 ml d'eau. Les solutions obtenues contiennent :

0 – 0,4 – 0,8 – 1,2 – 1,6 et 2,0 mg d'acide sorbique par litre.

5.5.4.3 Ajouter, dans chaque fiole, 4 ml de la solution sulfochromique (3.5) et maintenir les fioles durant 10 min dans le bain d'eau bouillante (4.3).

Ajouter 4 ml de la solution d'acide thiobarbiturique (3.6) et maintenir les fioles durant encore 20 min dans le bain d'eau bouillante; une coloration rose se développe. Refroidir dans un bain d'eau glacée et compléter au trait repère avec de l'eau.

Dans les 30 min qui suivent, mesurer, au moyen du photocolorimètre ou du spectrophotomètre (4.10), les absorbances des solutions à une longueur d'onde de 532 nm.

Soustraire des valeurs trouvées l'absorbance de la solution de l'essai à blanc (5.5.2).

5.5.4.4 Tracer la courbe d'étalonnage donnant l'absorbance des solutions (5.5.4.3) en fonction de la concentration en acide sorbique correspondante, exprimée en milligrammes par litre.

6 EXPRESSION DES RÉSULTATS¹⁾

6.1 Mode de calcul et formules

6.1.1 Prélèvement effectué en volume

La teneur en acide sorbique, exprimée en milligrammes par litre de produit, est donnée par la formule

$$\frac{m_1 \times 200}{V_1}$$

où

m_1 est la masse, en milligrammes, d'acide sorbique par litre de distillat (5.3.1), lue sur la courbe d'étalonnage (voir 5.4.4 ou 5.5.4);

V_1 est le volume, en millilitres, du prélèvement effectué en 5.4.1.2 ou en 5.5.1.4 (en général 10 ml, mais pouvant être réduit à 5 ml ou à 2 ml).

6.1.2 Prélèvement effectué en masse

La teneur en acide sorbique, exprimée en milligrammes par kilogramme de produit, est donnée par la formule

$$\frac{m_1 \times V \times 10}{m_0 \times V_1}$$

où

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai (5.2.2);

m_1 est la masse, en milligrammes, d'acide sorbique par litre de distillat (5.3.2), lue sur la courbe d'étalonnage (voir 5.4.4 ou 5.5.4);

V est le volume, en millilitres, du distillat recueilli (voir 5.3.2);

V_1 est le volume, en millilitres, du prélèvement effectué en 5.4.1.2 ou en 5.5.1.4 (en général 10 ml, mais pouvant être réduit à 5 ml ou à 2 ml).

6.2 Répétabilité

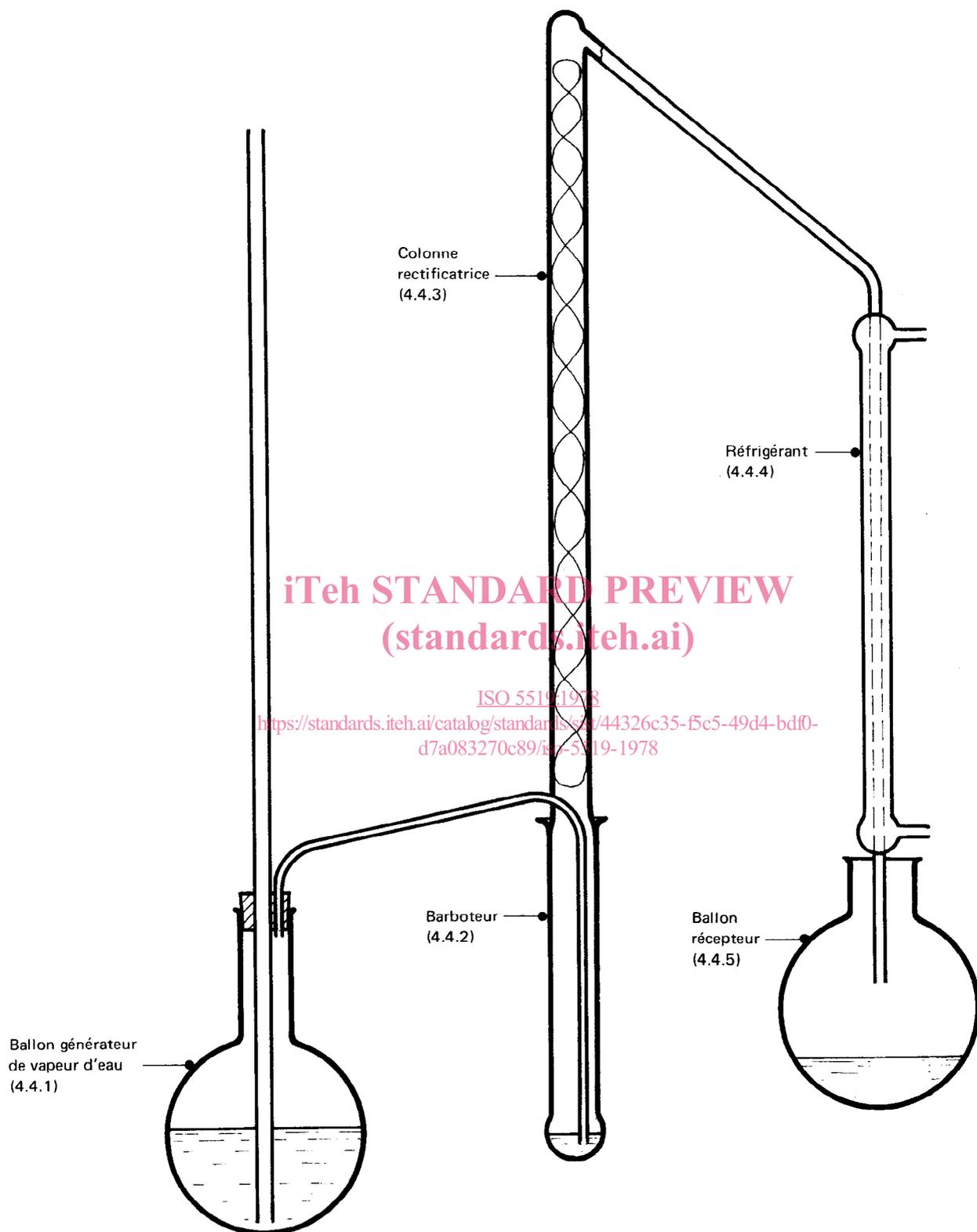
La différence entre les résultats de deux déterminations, effectuées simultanément ou rapidement l'une après l'autre par le même analyste, ne doit pas dépasser 5 %, en valeur relative, de la valeur moyenne.

8 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

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

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

¹⁾ Divers produits végétaux contiennent de petites quantités de substances volatiles et extractibles par les solvants organiques. Certaines de ces substances absorbent les radiations à 256 nm ou donnent la réaction colorée utilisée dans la technique B (5.5). Il convient donc d'interpréter avec prudence les résultats faiblement positifs (inférieurs à 10 mg par litre ou par kilogramme) et d'opérer, dans ce cas, par comparaison avec les mêmes produits exempts d'acide sorbique.



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 5519-1978

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/si/44326c35-f5c5-49d4-bdf0-d7a083270c89/iso-5519-1978>

FIGURE – Schéma de l'appareil d'entraînement par la vapeur d'eau (4.4)