
Norme internationale



5522

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

Fruits, légumes et produits dérivés — Détermination de la teneur en dioxyde de soufre total

Fruits, vegetables and derived products — Determination of total sulphur dioxide content

Première édition — 1981-09-01

Itch STANDARD PREVIEW
(standards.itech.ai)

[ISO 5522:1981](#)

<https://standards.itech.ai/catalog/standards/sist/5c68b3cc-fc43-457f-9761-56407975f2be/iso-5522-1981>

CDU 634/635 : 543.845

Réf. n° : ISO 5522-1981 (F)

Descripteurs : produit agricole, produit dérivé des fruits et légumes, fruit, légume, analyse chimique, dosage, anhydride sulfureux.

Prix basé sur 7 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 5522 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits agricoles alimentaires*, et a été soumise aux comités membres en juillet 1979.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

Afrique du Sud, Rép. d'	Espagne	Nouvelle-Zélande
Allemagne, R. F.	Éthiopie	Pays-Bas
Australie	France	Pérou
Autriche	Hongrie	Philippines
Brésil	Inde	Pologne
Bulgarie	Indonésie	Portugal
Canada	Israël	Roumanie
Chili	Italie	Tchécoslovaquie
Chypre	Jamahiriya arabe libyenne	Thaïlande
Corée, Rép. de	Kenya	Turquie
Égypte, Rép. arabe d'	Malaisie	Yougoslavie

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

Fruits, légumes et produits dérivés — Détermination de la teneur en dioxyde de soufre total

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination de la teneur en dioxyde de soufre total des fruits, des légumes et des produits dérivés, quelle que soit leur teneur en dioxyde de soufre.

2 Principe

Acidification et chauffage d'une prise d'essai, puis entraînement, par un courant d'azote, du dioxyde de soufre libéré. Absorption et oxydation du dioxyde de soufre par barbotage dans une solution neutre diluée de peroxyde d'hydrogène. Dosage de l'acide sulfurique ainsi formé au moyen d'une solution titrée d'hydroxyde de sodium.

Vérification du dosage, sur la solution résultante par précipitation sous forme de sulfate de baryum, et, selon la teneur en dioxyde de soufre,

- pesée du sulfate de baryum (annexe A); ou
- dosage par néphélométrie (annexe 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, récemment bouillie.

3.1 Azote, exempt d'oxygène.

3.2 Peroxyde d'hydrogène, solution à 9,1 g/l, exempte d'ions sulfates.

3.3 Acide chlorhydrique, solution à 100 g/l.

Diluer 1 volume d'acide chlorhydrique concentré, $\rho_{20} = 1,19$ g/ml, avec 3 volumes d'eau.

3.4 Indicateur coloré, solution.

Dissoudre 100 mg de bleu de bromophénol¹⁾ dans 100 ml d'éthanol à 20 % (V/V).

3.5 Hydroxyde de sodium, solution titrée, $c(\text{NaOH}) = 0,1$ mol/l,²⁾ exempte d'ions sulfates; ou

3.6 Hydroxyde de sodium, solution titrée, $c(\text{NaOH}) = 0,01$ mol,³⁾ exempte d'ions sulfates.

3.7 Iode, solution titrée, $c(1/2 \text{I}_2) = 0,02$ mol/l.⁴⁾

3.8 Empois d'amidon, à 5 g/l, contenant 200 g de chlorure de sodium (comme conservateur) par litre.

Pour sa préparation, maintenir l'empois 10 min à l'ébullition.

3.9 Solution de métadisulfite de potassium et de sel disodique d'EDTA.

Dissoudre, dans un peu d'eau, 1,20 g de métadisulfite de potassium ($\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_5$) et 0,20 g de sel disodique de l'acide (éthylène diamine)tétraacétique⁵⁾. Transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Compléter au trait repère avec de l'eau et mélanger.

3.10 Saccharose, solution à 100 g/l.

4 Appareillage

Matériel courant de laboratoire non spécifié par ailleurs, et notamment :

4.1 Éprouvettes graduées.

4.2 Pipettes.

1) Cet indicateur a été choisi parce qu'il n'entraîne pas d'interférence pour le contrôle par néphélométrie.

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

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

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

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

4.3 Semi-microburette, de 10 ml de capacité.

4.4 Burette, de 25 ml de capacité.

4.5 Homogénéisateur.

4.6 Appareil à entraînement, tel que représenté à la figure¹⁾ ou appareil équivalent, permettant le déplacement et l'entraînement du dioxyde de soufre et son absorption par la solution de peroxyde d'hydrogène.

4.6.1 Composition de l'appareil

A : ballon à fond rond, 250 ml ou de capacité supérieure.

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

C : ampoule, adaptable au ballon (A).

D : arrivée d'azote.

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

F : disque de tôle ou d'amiante, de 150 mm de diamètre présentant une ouverture centrale de 40 mm de diamètre. Ce disque est destiné à éviter toute pyrogénéation notamment des matières extractibles du produit.

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

4.6.2 Essais de contrôle

L'appareil doit satisfaire aux trois essais de contrôle suivants :

4.6.2.1 Dans le ballon (A), placer 100 ml d'eau et 5 ml de la solution d'acide chlorhydrique (3.3). Chauffer le ballon à reflux durant 1 h en faisant passer un courant d'azote, les barboteurs (E et E') contenant chacun 5 ml d'eau et 0,1 ml de la solution d'indicateur coloré (3.4).

Le contenu de chacun des barboteurs doit rester neutre.

4.6.2.2 Dans le ballon (A), placer 20 ml de la solution de saccharose (3.10). Chauffer le ballon à reflux durant 1 h en faisant passer un courant d'azote.

La solution de saccharose doit rester incolore et il ne doit pas y avoir de dépôt de caramel sur les parois du ballon. (L'essai est destiné à contrôler l'intensité du chauffage.)

4.6.2.3 Effectuer les deux opérations suivantes :

a) Dans le ballon (A), introduire, au moyen d'une pipette (4.2), 20 ml de la solution de métadisulfite de potassium et d'EDTA (3.9) et 5 ml de la solution d'acide chlorhydrique (3.3). Effectuer l'entraînement et la détermination de la teneur en dioxyde de soufre dans les mêmes conditions que pour la détermination proprement dite, mais sans addition de solution d'acide chlorhydrique (c'est-à-dire comme spécifié en 5.3.1, 5.3.2, 5.3.5 et 5.4).

b) Dans une fiole conique de 100 ml, placer 20 ml de la solution de métadisulfite de potassium et d'EDTA (3.9), et ajouter 5 ml de la solution d'acide chlorhydrique (3.3) et 1 ml de l'empois d'amidon (3.8).

Titrer, au moyen de la burette (4.4) contenant la solution d'iode (3.7), jusqu'à la première apparition d'une coloration bleue.

La teneur en dioxyde de soufre obtenue en a) doit être égale, à 1 % près, à celle qui est obtenue en b).

La manipulation b) ne doit pas être effectuée plus de 15 min après avoir fini la manipulation a), de manière à éviter une variation possible de la teneur en dioxyde de soufre de la solution de métadisulfite.

4.7 Balance.

5 Mode opératoire

5.1 Préparation de l'échantillon pour essai

Retirer les noyaux et loges carpellaires si nécessaire, et homogénéiser soigneusement l'échantillon.

Laisser décongeler en vase clos les produits congelés ou surgelés, et ajouter le liquide formé au cours de ce processus au produit avant l'homogénéisation.

5.2 Prise d'essai

Peser, à 0,01 g près, 10 à 100 g de l'échantillon pour essai (5.1), selon la teneur présumée en dioxyde de soufre, de façon que la prise d'essai contienne au maximum 10 mg de dioxyde de soufre; les introduire dans le ballon (A) de l'appareil à entraînement (4.6).

1) Appareil du type Lieb et Zaccherl.

5.3 Entraînement

5.3.1 Dans chacun des barboteurs (E et E'), placer 3 ml* de la solution de peroxyde d'hydrogène (3.2) et 0,1 ml de la solution d'indicateur coloré (3.4), et neutraliser la solution de peroxyde d'hydrogène au moyen de la solution d'hydroxyde de sodium à 0,01 mol/l (3.6).

5.3.2 Adapter l'ampoule (C), le réfrigérant ascendant (B) et les barboteurs (E et E') au ballon (A); faire circuler un courant d'azote pour chasser l'air contenu dans le ballon (A) et l'ensemble du dispositif.

5.3.3 Dans l'ampoule (C), placer 100 ml d'eau et 5 ml de la solution d'acide chlorhydrique (3.3).

5.3.4 Dans le ballon (A), faire s'écouler la solution diluée d'acide chlorhydrique contenue dans l'ampoule (C) (si nécessaire, interrompre un instant le courant d'azote).

5.3.5 Porter lentement le contenu du ballon à l'ébullition, et maintenir l'ébullition tout en faisant circuler régulièrement l'azote à raison d'une à deux bulles par seconde durant environ 30 min.

5.4 Titrage

Transvaser le contenu du deuxième barboteur (E') dans le premier et titrer l'acide sulfurique formé au moyen de la solution d'hydroxyde de sodium à 0,01 mol/l (3.6) ou à 0,1 mol/l (3.5) selon la teneur présumée en dioxyde de soufre.

5.5 Vérification

5.5.1 Si le volume V de solution d'hydroxyde de sodium à 0,01 mol/l est supérieur à 10 ml (ou 1 ml dans le cas de la solution d'hydroxyde de sodium à 0,1 mol/l), effectuer le dosage gravimétrique selon l'annexe A.

5.5.2 Si le volume V est inférieur à 10 ml, effectuer le dosage par néphélométrie selon l'annexe B.

Lorsque le volume V est inférieur à 5 ml, 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.

5.6 Nombre de déterminations

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

6 Expression des résultats

6.1 Mode de calcul et formule

La teneur en dioxyde de soufre, exprimée en milligrammes par kilogramme de produit, est donnée par la formule**

$$0,32 \times \frac{V}{m} \times 10^3 = 320 \times \frac{V}{m}$$

où

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai (5.2);

V est le volume, en millilitres, de la solution d'hydroxyde de sodium à 0,01 mol/l (3.6), utilisé pour le titrage (5.4);

0,32 est la masse, en milligrammes, de dioxyde de soufre correspondant à 1 ml de solution d'hydroxyde de sodium à 0,01 mol/l.

Prendre comme résultat la moyenne arithmétique des deux déterminations (5.6) si la condition de répétabilité (voir 6.2) est remplie.

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 $\pm 5\%$ de la valeur moyenne.

7 Procès-verbal d'essai

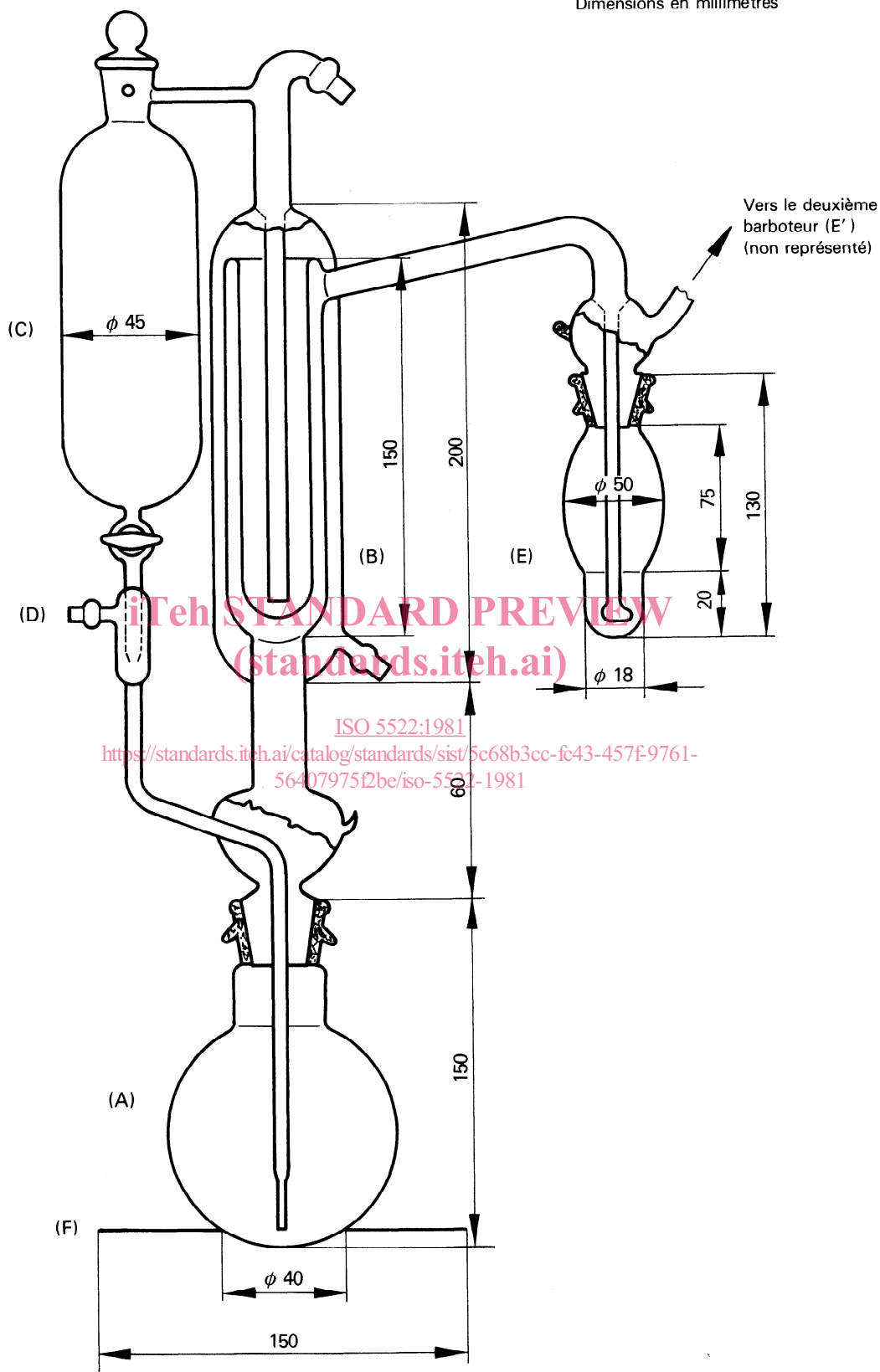
Le procès-verbal d'essai doit indiquer la méthode utilisée et le résultat obtenu. Il doit, en outre, mentionner tous les détails opératoires non prévus dans la présente Norme internationale, ou facultatifs, ainsi que les incidents éventuels susceptibles d'avoir agi sur le résultat.

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

* Cette quantité permet théoriquement d'oxyder 51 mg de dioxyde de soufre, mais un excès est indispensable.

** Si l'on a utilisé la solution d'hydroxyde de sodium à 0,1 mol/l (3.5), remplacer le coefficient 320 par 3 200.

Dimensions en millimètres



NOTE — Les diamètres internes des quatre tubes concentriques qui constituent le réfrigérant sont 45 — 34 — 27 et 10 mm. Il est avantageux de remplacer les deux rodages coniques par des rodages sphériques.

Figure — Schéma d'un appareil d'entraînement

Annexe A

Vérification gravimétrique du dosage acidimétrique de l'ion sulfate formé

A.1 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, récemment bouillie.

A.1.1 Chlorure de baryum, solution à 100 g/l.

A.1.2 Acide chlorhydrique concentré, $\rho_{20} = 1,19$ g/ml.

A.1.3 Solution de lavage du précipité de sulfate de baryum.

Dans une fiole jaugée de 1 000 ml, dissoudre 26 mg de chlorure de baryum dihydraté ($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), ajouter 1 ml de l'acide chlorhydrique concentré (A.1.2) et compléter au trait repère avec de l'eau.

A.2 Appareillage

Matériel courant de laboratoire non spécifié par ailleurs, et notamment :

A.2.1 Fioles coniques, de 50 ml de capacité.

A.2.2 Pipettes jaugées, de capacités appropriées.

A.2.3 Papier filtre sans cendres.

A.2.4 Four, réglable à 800 ± 25 °C.

A.2.5 Capsules à incinération.

A.2.6 Dessiccateur, garni d'un agent déshydratant efficace (autre que l'acide sulfurique).

A.2.7 Balance analytique.

A.3 Mode opératoire

A.3.1 Après titrage (5.4), verser le contenu du barboteur (E) et les eaux ayant servi à son rinçage dans une fiole conique (A.2.1); le volume total doit être d'environ 25 ml. Ajouter 1 ml de l'acide chlorhydrique concentré (A.1.2) et porter à l'ébullition.

Ajouter, goutte à goutte, 2 ml de la solution de chlorure de baryum (A.1.1), agiter, puis laisser refroidir et reposer durant 12 h. Recueillir quantitativement le précipité de sulfate de baryum formé sur papier filtre (A.2.3) préalablement humecté avec de l'eau bouillante. Laver le précipité avec 20 ml d'eau dis-

tillée tiède, puis cinq fois avec chaque fois 20 ml de la solution de lavage (A.1.3) tiède. Essorer et sécher.

Dans une capsule à incinération (A.2.5) préalablement séchée et tarée à 1 mg près, déposer le papier filtre contenant le précipité, et incinérer durant 2 h dans le four (A.2.4) réglé à 800 ± 25 °C. Retirer du four. Après refroidissement dans le dessiccateur (A.2.6), peser, à 1 mg près, la capsule et son contenu.

Déterminer par différence la masse de sulfate de baryum obtenu.

A.3.2 Effectuer la vérification gravimétrique sur les deux déterminations prévues en 5.6.

A.4 Expression des résultats

A.4.1 Mode de calcul et formule

La teneur en dioxyde de soufre, exprimée en milligrammes par kilogramme du produit, est donnée par la formule

$$\frac{0,2745 m_1}{m} \times 10^3$$

où

m_1 est la masse, en milligrammes, de sulfate de baryum obtenu (voir A.3.1);

m a la même signification qu'en 6.1;

0,2745 est la masse, en milligrammes, de dioxyde de soufre correspondant à 1 mg de sulfate de baryum.

Prendre comme résultat la moyenne arithmétique des deux déterminations si la condition de répétabilité (voir A.4.2) est remplie.

A.4.2 Répétabilité

La différence entre les résultats des deux déterminations, effectuées simultanément ou rapidement l'une après l'autre par le même analyste, ne doit pas s'écarter de ± 5 % de leur valeur moyenne.

A.5 Concordance des résultats

Le résultat obtenu ne doit pas différer de plus de 5 % de celui qui est obtenu selon la méthode acidimétrique.

Dans le cas où l'écart entre les résultats donnés par la méthode acidimétrique et la méthode gravimétrique est supérieur à 5 %, seul le résultat obtenu par gravimétrie doit être retenu.

Annexe B

Vérification par néphélométrie du dosage acidimétrique de l'ion sulfate formé

B.1 Réactifs

B.1.1 Acide sulfurique, solution étalon.

Dans une fiole jaugée de 1 000 ml, introduire 31,2 ml de solution titrée d'acide sulfurique, $c(1/2 \text{H}_2\text{SO}_4) = 0,1 \text{ mol/l}$,¹⁾ et compléter au trait repère avec de l'eau.

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

B.1.2 Polyvinylpyrrolidone, solution à 50 g/l, exempte d'ions sulfates (masse moléculaire relative moyenne 85 000).

B.1.3 Chlorure de baryum et polyvinylpyrrolidone, solution mixte.

Mélanger 80 ml de solution de chlorure de baryum à 100 g/l et 20 ml de la solution de polyvinylpyrrolidone (B.1.2).

B.1.4 Acide chlorhydrique, solution (voir 3.3).

B.1.5 Indicateur coloré, solution (voir 3.4).

B.2 Appareillage

B.2.1 Fioles jaugées, de 50 ml de capacité, conformes aux spécifications de l'ISO 1042.

B.2.2 Pipettes, ou burettes, capables de délivrer 2 — 4 — 8 — 12 — 16 — 25 ml.

B.2.3 Spectrophotomètre, permettant d'effectuer des mesurages à la longueur d'onde de 650 nm.

B.3 Mode opératoire

B.3.1 Établissement de la courbe d'étalonnage

Dans une série de six fioles jaugées de 50 ml (B.2.1), introduire 0 — 2 — 4 — 8 — 12 — 16 ml de la solution étalon d'acide sulfurique (B.1.1), 20 ml d'eau, 0,1 ml de la solution d'indicateur coloré (B.1.5), 1 ml de la solution d'acide chlorhydrique (B.1.4) et 5 ml de la solution mixte (B.1.3). Compléter au trait repère avec de l'eau et homogénéiser.

Les solutions obtenues correspondent respectivement à 0 — 0,2 — 0,4 — 0,8 — 1,2 — 1,6 mg de dioxyde de soufre.

Entre 15 et 20 min après avoir ajouté la solution mixte (B.1.3), mesurer l'absorbance à 650 nm au moyen du spectrophotomètre (B.2.3).

Tracer la courbe d'étalonnage en portant les absorbances mesurées en fonction des concentrations en dioxyde de soufre, en milligrammes par litre.

B.3.2 Détermination

B.3.2.1 Cas où le volume V de solution d'hydroxyde de sodium à 0,01 mol/l est inférieur à 5 ml

Après titrage (5.4), verser le contenu du barboteur (E) et les eaux ayant servi à son rinçage dans une fiole jaugée de 50 ml (B.2.1). Ajouter 1 ml de la solution d'acide chlorhydrique (B.1.4) et 5 ml de la solution mixte (B.1.3). Compléter au trait repère avec de l'eau et homogénéiser.

Entre 15 et 20 min après avoir ajouté la solution mixte (B.1.3), mesurer l'absorbance de la solution à 650 nm au moyen du spectrophotomètre (B.2.3).

B.3.2.2 Cas où le volume V de solution d'hydroxyde de sodium à 0,01 mol/l est compris entre 5 et 10 ml

Après titrage (5.4), verser le contenu du barboteur (E) et les eaux ayant servi à son rinçage dans une fiole jaugée de 50 ml (B.2.1). Compléter au trait repère avec de l'eau et homogénéiser.

Dans une nouvelle fiole jaugée de 50 ml (B.2.1), introduire 25 ml de cette solution. Ajouter 1 ml de la solution d'acide chlorhydrique (B.1.4) et 5 ml de la solution mixte (B.1.3). Compléter au trait repère avec de l'eau et homogénéiser.

Entre 15 et 20 min après avoir ajouté la solution mixte (B.1.3), mesurer l'absorbance de la solution à 650 nm au moyen du spectrophotomètre (B.2.3).

B.3.3 Nombre de déterminations

Effectuer la vérification par néphélométrie sur les deux déterminations prévues en 5.6.

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

B.4 Expression des résultats

B.4.1 Si la vérification a été effectuée selon B.3.2.1, la teneur en dioxyde de soufre, exprimée en milligrammes par kilogramme de produit, est donnée par la formule

$$c \times \frac{1\,000}{m}$$

où

c est la concentration en dioxyde de soufre, exprimée en milligrammes par litre, lue sur la courbe d'étalonnage (B.3.1) et correspondant à l'absorbance mesurée en B.3.2.1;

m a la même signification qu'en 6.1.

B.4.2 Si la vérification a été effectuée selon B.3.2.2, la teneur en dioxyde de soufre, exprimée en milligrammes par kilogramme de produit, est donnée par la formule

$$c \times \frac{1\,000}{m} \times 2$$

où

c a la même signification qu'en B.4.1, mais correspond à l'absorbance mesurée en B.3.2.2;

m a la même signification qu'en 6.1.

B.4.3 Prendre comme résultat la moyenne arithmétique des deux déterminations si la condition de répétabilité (voir 6.2) est remplie.

B.5 Concordance des résultats

Le résultat obtenu ne doit pas différer de plus de 5 % de celui qui est obtenu selon la méthode acidimétrique.

Dans le cas où l'écart entre les résultats donnés par la méthode acidimétrique et la méthode par néphélométrie est supérieur à 5 %, seul le résultat obtenu par néphélométrie doit être retenu.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 5522:1981](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5c68b3cc-fc43-457f-9761-56407975f2be/iso-5522-1981)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5c68b3cc-fc43-457f-9761-56407975f2be/iso-5522-1981>