
Norme internationale



6638/1

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

**Produits dérivés des fruits et légumes — Détermination de la teneur en acide formique —
Partie 1 : Méthode gravimétrique**

Fruit and vegetable products — Determination of formic acid content — Part 1: Gravimetric method

Première édition — 1985-12-01

standards.iteh.ai

[ISO 6638-1:1985](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/717ceb93-13cc-4654-95d9-6ad379fcd8dc/iso-6638-1-1985)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/717ceb93-13cc-4654-95d9-6ad379fcd8dc/iso-6638-1-1985>

CDU 634.1/635.6 : 543.8 : 547.291

Réf. n° : ISO 6638/1-1985 (F)

Descripteurs : produit agricole, fruit, légume, produit dérivé des fruits et légumes, analyse chimique, dosage, acide formique, méthode gravimétrique.

Prix basé sur 3 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 créé à cet effet. 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. Les Normes internationales sont approuvées conformément aux procédures de l'ISO qui requièrent l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 6638/1 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits agricoles alimentaires*.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/717ceb93-13cc-4654-95d9-bad379e18dc8/iso-6638-1-1985>

L'attention des utilisateurs est attirée sur le fait que toutes les Normes internationales sont de temps en temps soumises à révision et que toute référence faite à une autre Norme internationale dans le présent document implique qu'il s'agit, sauf indication contraire, de la dernière édition.

Produits dérivés des fruits et légumes – Détermination de la teneur en acide formique – Partie 1 : Méthode gravimétrique

1 Objet et domaine d'application

La présente partie de l'ISO 6638 décrit la méthode gravimétrique pour la détermination de la teneur en acide formique des produits dérivés des fruits et légumes.

Une méthode titrimétrique est décrite dans l'ISO 6638/2.

2 Principe

Entraînement quantitatif par la vapeur de l'acide formique présent dans une prise d'essai, et réduction du chlorure de mercure(II) par l'acide formique en chlorure de mercure(I). Détermination de la teneur en acide formique à partir du rendement du chlorure de mercure(I).

3 Réactifs

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

3.1 Carbonate de baryum ou carbonate de calcium.

3.2 Solution de chlorure de mercure(II) et de chlorure de sodium.

Dissoudre 100 g de chlorure de mercure(II) et 30 g de chlorure de sodium dans l'eau et diluer à 1 000 ml.

3.3 Acétate de sodium, solution à 500 g/l.

3.4 Acide chlorhydrique, solution à 10 % (V/V).

3.5 Acide tartrique.

3.6 Éthanol.

3.7 Oxyde diéthylique.

4 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et notamment:

4.1 Balance analytique.

4.2 Appareil de distillation, comme indiqué dans le schéma, ou appareil équivalent comprenant :

4.2.1 Générateur de vapeur, en métal ou en verre, de 5 l de capacité.

4.2.2 Fioles A et B (voir la figure), de 500 ml de capacité.

4.2.3 Condenseur, de 50 cm de longueur.

4.2.4 Fiole conique, de 2 l de capacité.

4.3 Filtre Schott G4 ou filtre en verre fritté de dimensions des pores de 10 à 20 μm .

4.4 Dessiccateur, contenant un agent déshydratant efficace.

4.5 Étuve, bien ventilée et réglée thermostatiquement à 100 ± 2 °C.

4.6 Homogénéisateur, et/ou broyeur mécanique.

4.7 Fiole conique, de 500 ml de capacité.

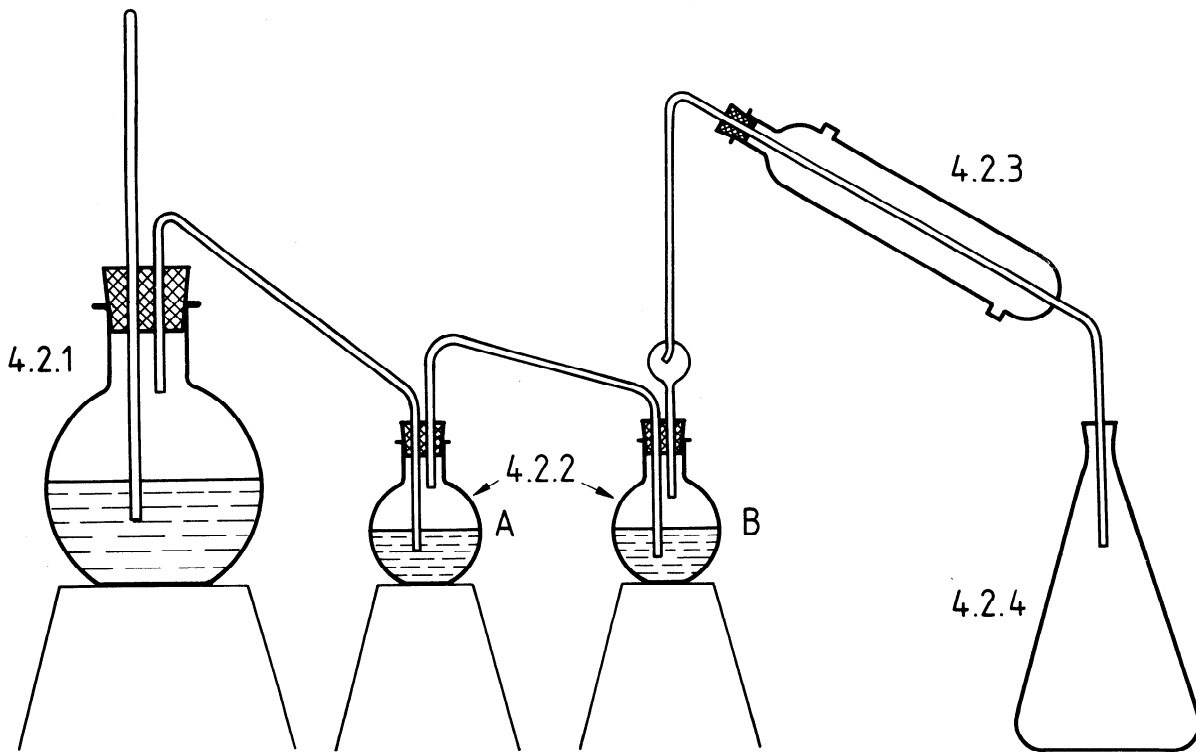
4.8 Papier filtre, Whatman n° 1 ou équivalent.

4.9 Plaque chauffante.

4.10 Capsules de dessiccation, de 300 ml de capacité minimale.

4.11 Réfrigérant à reflux.

4.12 Bain d'eau bouillante.



iTeh STANDARD PREVIEW
 (standards.iteh.ai)
 Figure – Appareil de distillation (4.2)

5 Mode opératoire

5.1 Préparation de l'échantillon pour essai

Rendre l'échantillon pour laboratoire bien homogène. Si nécessaire, retirer au préalable les noyaux et loges carpellaires et passer au broyeur mécanique.

Dans le cas de produits congelés et surgelés, les décongeler en vase clos et ajouter le liquide formé durant la décongélation au produit avant homogénéisation.

5.2 Prise d'essai

5.2.1 Produits liquides

Prélever, à l'aide d'une pipette, 25 à 50 ml de l'échantillon pour essai (5.1) ne contenant pas plus de 0,15 g d'acide formique, les introduire dans la fiole A (4.2.2) et ajouter de l'eau de façon à amener le volume total à 100 ml.

NOTE — La prise d'essai peut aussi être prélevée en masse, en pesant à 0,01 g près, 25 à 50 g de l'échantillon pour essai.

5.2.2 Produits pâteux ou solides

Peser, à 0,01 g près, 25 à 50 g de l'échantillon pour essai (5.1), les introduire dans la fiole A (4.2.2) et ajouter de l'eau pour amener le volume total à 100 ml.

NOTE — Dans certains cas, il est nécessaire de laisser la prise d'essai s'imbiber dans l'eau pendant 1 à 2 h.

ISO 6638-1:1985

5.3 Distillation

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/717ceb93-13cc-4654-95d9-6ad379fcd8dc/iso-6638-1-1985>

5.3.1 Ajouter 0,5 à 1 g de l'acide tartrique (3.5) au contenu de la fiole A.

Introduire 2 g du carbonate de baryum ou carbonate de calcium (3.1), dans la fiole B, et ajouter de l'eau pour amener le volume total à 100 ml.

5.3.2 Connecter les fioles A et B au générateur de vapeur (4.2.1) et au réfrigérant (4.2.3) comme indiqué à la figure et chauffer les fioles et le générateur de vapeur simultanément.

Effectuer la distillation en s'assurant que les volumes des contenus des fioles A et B restent constants à 5 ml près. Recueillir 1 000 à 1 500 ml de distillat dans la fiole conique (4.2.4). Retirer le distillat.

5.3.3 Après distillation, filtrer le contenu chaud de la fiole B à l'aide du papier filtre (4.8) sur une fiole conique de 500 ml (4.7) et rincer le précipité à l'eau chaude, en recueillant les liquides du rinçage, jusqu'à ce que le volume total du filtrat soit de 250 ml. Mettre le filtrat dans la capsule de dessiccation (4.10).

Évaporer le filtrat sur la plaque chauffante (4.9) et réduire le volume total à environ 100 ml.

5.3.4 Au filtrat restant ajouter :

- 10 ml de la solution d'acétate de sodium (3.3);
- 2 ml de la solution d'acide chlorhydrique (3.4);

- 25 ml de la solution de chlorure de mercure(II) et de chlorure de sodium (3.2).

Bien mélanger et porter cette solution à ébullition sous reflux dans un bain d'eau durant 2 h.

[Le formiate de calcium ou de baryum réduit le chlorure de mercure(II) en chlorure de mercure(I).]

5.3.5 Filtrer le précipité de chlorure de mercure(I) à travers le filtre Schott (4.3), sous pression réduite, préalablement séché à 100 °C dans l'étuve (4.5), refroidi dans le dessiccateur (4.4) et pesé à 0,000 2 g près.

Laver le chlorure de mercure(I) avec de l'eau froide, de l'éthanol (3.6) et de l'oxyde diéthylique (3.7), et sécher dans l'étuve (4.5) réglée à 100 ± 2 °C durant 1 h.

5.3.6 Laisser refroidir dans le dessiccateur jusqu'à température ambiante le filtre Schott avec le chlorure de mercure(I) et peser à 0,000 2 g près.

5.4 Nombre de déterminations

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

6 Expression des résultats

6.1 Mode de calcul et formules

La teneur en acide formique, exprimée en grammes pour 100 ml ou 100 g d'échantillon, est égale à

- a) pour une prise d'essai prélevée par volume

$$\frac{(m_2 - m_1) \times 0,097\ 5 \times 100}{V}$$

- b) dans le cas d'une prise d'essai prélevée en masse

$$\frac{(m_2 - m_1) \times 0,097\ 5 \times 100}{m_0}$$

où

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

m_1 est la masse, en grammes, du filtre Schott;

m_2 est la masse, en grammes, du filtre Schott et du chlorure de mercure(I);

V est le volume, en millilitres, de la prise d'essai;

0,097 5 est la masse, en grammes, de l'acide formique équivalant à 1 g de chlorure de mercure(I).

Prendre comme résultat la moyenne arithmétique des valeurs obtenues aux deux déterminations (5.4) si la condition de répétabilité (voir 6.2) est remplie. Exprimer le résultat à la 3^{ème} décimale.

6.2 Répétabilité

La différence entre les valeurs obtenues aux deux déterminations (5.4), effectuées simultanément ou rapidement l'une après l'autre par le même analyste, ne doit pas dépasser 2 % de la moyenne.

7 Procès-verbal d'essai

Le procès-verbal d'essai doit indiquer la méthode utilisée et les résultats obtenus. Il doit, en outre, mentionner tous les détails opératoires non prévus dans la présente partie de l'ISO 6638, ou facultatifs, ainsi que les incidents éventuels susceptibles d'avoir agi sur les résultats.

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

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6638-1:1985

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/717ceb93-13cc-4654-95d9-6ad379fcd8dc/iso-6638-1-1985>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6638-1:1985

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/717ceb93-13cc-4654-95d9-6ad379fcd8dc/iso-6638-1-1985>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6638-1:1985

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/717ceb93-13cc-4654-95d9-6ad379fcd8dc/iso-6638-1-1985>