
Norme internationale



7466

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

Produits dérivés des fruits et légumes — Détermination de la teneur en hydroxy-5 méthylfurfural (5-HMF)

Fruit and vegetable products — Determination of 5-hydroxymethylfurfural (5-HMF) content

Première édition — 1986-09-15

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 7466:1986](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/79ebfce7-77a5-4601-bbea-240e2da15491/iso-7466-1986)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/79ebfce7-77a5-4601-bbea-240e2da15491/iso-7466-1986>

CDU 634.1/635.6 : 543.41

Réf. n° : ISO 7466-1986 (F)

Descripteurs : produit agricole, produit dérivé des fruits et légumes, analyse chimique, dosage, aldéhyde.

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 7466 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits agricoles alimentaires*.

[ISO 7466:1986](#)

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 hydroxy-5 méthylfurfural (5-HMF)

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode pour la détermination de la teneur en hydroxy-5 méthylfurfural (5-HMF) des produits dérivés des fruits et légumes ayant subi un traitement thermique.

2 Principe

Préparation d'une solution d'essai par addition d'eau à la prise d'essai.

Dans le cas de produits contenant plus de 10 mg de dioxyde de soufre libre par litre, addition d'acétaldéhyde.

Addition de *p*-toluidine et d'une solution d'acide barbiturique à une partie aliquote de la solution d'essai, et formation d'un composé de couleur rouge par réaction avec l'hydroxy-5 méthylfurfural présent.

Mesurage spectrométrique à une longueur d'onde de 550 nm.

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 Solution de Carrez (I).

Dissoudre 150 g d'hexacyanoferrate(II) de potassium dans de l'eau et compléter à 1 000 ml.

3.2 Solution de Carrez (II).

Dissoudre 300 g de sulfate de zinc heptahydraté dans de l'eau et compléter à 1 000 ml.

3.3 Acide barbiturique, solution.

Dissoudre 0,500 g d'acide barbiturique dans environ 70 ml d'eau en chauffant au bain d'eau si nécessaire, les transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 100 ml, laisser refroidir si nécessaire et ajuster au trait repère.

Cette solution doit être conservée au réfrigérateur.

3.4 Réactif à la *p*-toluidine.

Dissoudre 10,0 g de *p*-toluidine (point de fusion de 45 °C) dans environ 50 ml de propanol-2 en chauffant si nécessaire au bain d'eau, ajouter 10 ml d'acide acétique cristallisable, transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 100 ml, laisser refroidir si nécessaire, et ajuster au trait repère avec du propanol-2.

Ce réactif peut se conserver au réfrigérateur en flacon de verre brun durant un mois.

3.5 Acétaldéhyde, solution à 1 % (V/V) (en cas de teneur en dioxyde de soufre libre supérieure à 10 mg/l).

3.6 Hydroxy-5 méthylfurfural (5-HMF), solutions étalons.

NOTE — Les produits commerciaux de pureté inconnue peuvent être purifiés par distillation sous vide (115 ± 3 °C; 1,333 Pa) et conservés sous azote.

3.6.1 Solution mère.

Dissoudre 200 mg de 5-HMF dans de l'eau, les transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 200 ml, ajuster au trait repère et homogénéiser.

3.6.2 Solution de travail.

Introduire 1 ml de la solution mère (3.6.1) dans une fiole jaugée de 100 ml, ajuster au trait repère avec de l'eau et homogénéiser.

4 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et notamment :

- 4.1 **Spectromètre**, permettant d'effectuer des mesurages à 550 nm et équipé de cuves de 1 cm de parcours optique.
- 4.2 **Fioles jaugées à un trait**, de 25, 100 et 200 ml de capacités.
- 4.3 **Tubes à essais**, gradués en 10 ml, munis de bouchons rodés.
- 4.4 **Bain d'eau**, thermostaté à 20 ± 1 °C.
- 4.5 **Balance analytique**.

5 Mode opératoire

5.1 Préparation de l'échantillon pour essai

Retirer les noyaux et loges carpellaires si nécessaire, et homogénéiser soigneusement l'échantillon. Certains produits ne nécessitent qu'une filtration.

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

Prélever 20 ml ou 20 g de l'échantillon pour essai.

NOTE — Dans le cas de produits ayant une teneur en 5-HMF élevée, les prises d'essai peuvent être diminuées, par exemple 10 ml ou 10 g, ou 5 ml ou 5 g.

5.3 Préparation de la solution d'essai

5.3.1 Cas des produits homogènes incolores ou faiblement colorés

Introduire la prise d'essai dans une fiole jaugée de 100 ml (4.2). Placer la fiole dans le bain d'eau (4.4) réglé à 20 ± 1 °C. Ajuster au trait repère avec de l'eau.

Si nécessaire filtrer la solution, en rejetant les premiers 20 ml du filtrat.

5.3.2 Cas des produits homogénéisés et fortement colorés

Introduire la prise d'essai dans une fiole jaugée de 100 ml (4.2) et ajouter 50 ml d'eau.

Ajouter à l'aide d'une pipette et avec précaution 2 ml de la solution de Carrez (I) (3.1) et 2 ml de la solution de Carrez (II) (3.2). Ajuster au trait repère avec de l'eau et homogénéiser. Filtrer et rejeter les premiers 20 ml du filtrat.

5.4 Détermination

5.4.1 Produits ayant une teneur en dioxyde de soufre libre inférieure à 10 mg/l

5.4.1.1 Introduire à l'aide d'une pipette 2 ml de la solution d'essai (5.3.1 ou 5.3.2) dans chacun des deux tubes à essais (4.3) (A et B). Ajouter 5 ml du réactif à la *p*-toluidine (3.4), boucher et agiter. Laisser reposer 1 ou 2 min.

5.4.1.2 Ajouter dans le tube A, 1 ml d'eau et agiter. Remplir une des cuves du spectromètre avec cette solution (solution de référence).

5.4.1.3 Ajouter dans le tube B, 1 ml de la solution d'acide barbiturique (3.3) et agiter.

Remplir une des cuves du spectromètre avec cette solution et mesurer son absorbance à 550 nm, dans les 3 à 4 min après l'addition de la solution d'acide barbiturique, par rapport à la solution de référence (5.4.1.2).

NOTE — L'absorbance atteignant un maximum en 3 à 4 min après l'addition de la solution d'acide barbiturique puis chutant rapidement, prendre pour le calcul l'absorbance maximale.

5.4.2 Produits ayant une teneur en dioxyde de soufre libre supérieure à 10 mg/l

5.4.2.1 Élimination préliminaire du dioxyde de soufre.

Introduire dans une fiole jaugée de 25 ml, 15 ml de la solution d'essai (5.3.1 ou 5.3.2), ajouter 2 ml de la solution d'acétaldéhyde (3.5), agiter, ajuster au trait repère avec de l'eau et agiter de nouveau.

5.4.2.2 Procéder ensuite comme spécifié en 5.4.1.

5.5 Préparation de la courbe d'étalonnage

Dans une série de six tubes à essais (4.3), introduire 0,2 — 0,6 — 1,0 — 1,4 — 1,8 et 2,0 ml, respectivement, de la solution étalon de travail de 5-HMF (3.6.2). Ajuster les cinq premiers tubes à 2 ml avec de l'eau.

Ces solutions contiennent respectivement 2 — 6 — 10 — 14 — 18 et 20 µg de 5-HMF.

Procéder ensuite comme spécifié en 5.4.1.

Tracer une courbe d'étalonnage donnant les teneurs en 5-HMF, en microgrammes, correspondant à l'absorbance lue sur le spectromètre.

6 Expression des résultats

La teneur en 5-HMF, exprimée en milligrammes par litre ou en milligrammes par kilogramme, est égale à :

$$\frac{m_1 \times V_1}{V_2 \times V_0}$$

ou

$$\frac{m_1 \times V_1}{V_2 \times m_0}$$

où

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai (dans le cas de prises d'essai prélevées en masse);

m_1 est la masse, en microgrammes, de 5-HMF correspondant à l'absorbance mesurée en 5.4.1 ou 5.4.2, lue sur la courbe d'étalonnage;

V_0 est le volume, en millilitres, de la solution d'essai (dans le cas de prises d'essai prélevées en volume);

V_1 est le volume, en millilitres, de la solution d'essai (c'est-à-dire 100 ml);

V_2 est le volume, en millilitres, de la partie aliquote prélevée pour la détermination (c'est-à-dire 2 ml).

Exprimer les résultats, à l'unité près, comme suit :

- a) dans le cas de jus de fruits, en milligrammes par litre;
- b) pour tous les autres produits, en milligrammes par litre ou par kilogramme.

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.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 7466:1986](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/79ebfce7-77a5-4601-bbea-240e2da15491/iso-7466-1986)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/79ebfce7-77a5-4601-bbea-240e2da15491/iso-7466-1986>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 7466:1986

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/79ebfce7-77a5-4601-bbea-240e2da15491/iso-7466-1986>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 7466:1986

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/79ebfce7-77a5-4601-bbea-240e2da15491/iso-7466-1986>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 7466:1986

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/79ebfce7-77a5-4601-bbea-240e2da15491/iso-7466-1986>