

NORME
INTERNATIONALE

ISO
11292

Première édition
1995-06-15

Corrigée et réimprimée
1997-02-01

**Café soluble — Détermination des teneurs
en hydrates de carbone libres et totaux —
Méthode par chromatographie d'échange
d'anions à haute performance**

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

*Instant coffee — Determination of free and total carbohydrate
contents — Method using high-performance anion-exchange
chromatography*

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ec2da692-c05d-48ee-9ec8-22e13c4e1055/iso-11292-1995>



Numéro de référence
ISO 11292:1995(F)

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 en général 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. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 11292 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits agricoles alimentaires*, sous-comité SC 15, *Café*.

Les annexes A et B de la présente Norme internationale sont données uniquement à titre d'information.

iteh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

ISO 11292:1995

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ec2da692-c05d-48ee-9ec8-22e13c4e1055/iso-11292-1995>

© ISO 1995

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

Organisation internationale de normalisation
Case Postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse

Imprimé en Suisse

Café soluble — Détermination des teneurs en hydrates de carbone libres et totaux — Méthode par chromatographie d'échange d'anions à haute performance

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode pour la détermination de la teneur en hydrates de carbone libres et totaux dans le café soluble par chromatographie d'échange d'anions à haute performance. Elle permet en particulier de doser les monosaccharides individuels, le saccharose et le mannitol.

2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 1042:1983, *Verrerie de laboratoire — Fioles jaugées à un trait.*

ISO 3509:1989, *Cafés et dérivés — Vocabulaire.*

ISO 3726:1983, *Café soluble — Détermination de la perte de masse à 70 °C sous pression réduite.*

3 Définitions

Pour les besoins de la présente Norme internationale, les définitions données dans l'ISO 3509 et les définitions suivantes s'appliquent.

3.1 teneur en hydrates de carbone libres: Teneur en chaque monosaccharide individuel (arabinose, fructose, galactose, glucose, mannose), en saccharose et en mannitol, déterminée dans les conditions décrites (méthode A). Cette teneur est exprimée en pourcentage en masse sur matière sèche.

3.2 teneur en hydrates de carbone totaux: Teneur en chaque monosaccharide individuel (arabinose, galactose, glucose, mannose, xylose) et en mannitol, déterminée dans les conditions décrites, ce qui inclut une étape d'hydrolyse forte (méthode B). Cette teneur est exprimée en pourcentage en masse sur matière sèche.

4 Principe

4.1 Méthode A

Dissolution d'une prise d'essai dans de l'eau. Séparation des hydrates de carbone présents dans l'extrait filtré par chromatographie ionique sur une colonne échangeuse d'anions à haute performance, en utilisant uniquement de l'eau comme éluant. Détection électrochimique des composés élués à l'aide d'un détecteur à ampérométrie pulsée et quantification par comparaison avec les aires des pics produits par des solutions étalons.

4.2 Méthode B

Hydrolyse d'une prise d'essai avec une solution aqueuse d'acide chlorhydrique. Analyse des hydrates de carbone présents dans la solution hydrolysée filtrée comme décrit pour la méthode A.

5 Réactifs

Sauf indication différente, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau distillée ou déminéralisée ou de l'eau de pureté équivalente.

5.1 Hydroxyde de sodium (NaOH), solution aqueuse à 50 % (m/m).

Le réactif doit contenir le moins possible de carbonate de sodium et de mercure. Ne pas secouer ou agiter la solution avant l'emploi.

5.2 Acide chlorhydrique (HCl), solution titrée à 1,00 mol/l.

5.3 Éluant 1 (S1), eau déminéralisée (18 M Ω ·cm).
Filtrer l'eau déminéralisée sur des membranes filtrantes de 0,2 μ m. Dégazer en faisant barboter de l'hélium pendant 20 min à 30 min.

5.4 Éluant 2 (S2), hydroxyde de sodium (NaOH), solution à 300 mmol/l.

À l'aide d'une pipette, ajouter 15,6 ml de la solution d'hydroxyde de sodium (5.1) à 985 ml d'eau dégazée (5.3).

ATTENTION — Il est extrêmement important d'éliminer avant l'emploi le dioxyde de carbone dissous dans les éluants. Le carbonate a un très fort effet «poussant» sur la colonne, qui provoque une sévère réduction de la résolution et de l'efficacité. Préparer la solution le jour précédant l'analyse.

5.5 Solutions étalons d'hydrate de carbone.

Préparer des solutions fraîches d'arabinose, fructose, galactose, glucose, mannose, saccharose et mannitol.

Peser, à 0,1 mg près, environ 100 mg de chaque hydrate de carbone dans des fioles jaugées individuelles de 100 ml (6.2) et compléter au trait repère avec de l'eau (solutions mères à 1 000 mg/l).

Des solutions étalons mixtes peuvent également être préparées à partir des solutions mères individuelles, une fois que l'on connaît le temps de rétention de chaque hydrate de carbone dans les conditions chromatographiques utilisées.

Effectuer des dilutions supplémentaires des solutions étalons afin d'obtenir des concentrations en hydrate de carbone semblables à celles que l'on trouve dans les solutions hydrolysées ou non hydrolysées des échantillons de café soluble.

Une bonne séparation entre le rhamnose et l'arabinose est difficile à réaliser. Si ces deux monosaccharides coéluent, ne pas inclure de rhamnose dans la solution étalon mixte.

6 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et en particulier, ce qui suit.

6.1 Balance analytique, précise à $\pm 0,1$ mg.

6.2 Fioles jaugées à un trait, d'une capacité de 100 ml (conformes à la classe A de l'ISO 1042).

6.3 Éprouvettes graduées, d'une capacité de 1 000 ml et 50 ml, forme haute.

6.4 Système de filtration sous vide.

6.5 Papiers filtres plissés, moyens, qualitatifs.

6.6 Cartouches filtrantes C18 à usage unique¹⁾, à utiliser selon les recommandations du fabricant.

6.7 Membranes filtrantes à usage unique, diamètre des pores 0,2 μ m.

6.8 Bain d'eau, réglable à 100 °C \pm 5 °C.

1) Sep-Pack C18 (Waters) et Supelclean LC-18 (Supelco) sont des exemples de produits appropriés disponibles sur le marché. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente Norme internationale et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif des produits ainsi désignés.

6.9 Chromatographe en phase liquide exempt de métaux²⁾, comprenant une colonne analytique échangeuse d'anions³⁾ remplie d'une résine pelliculaire en polystyrène divinylbenzène, une précolonne⁴⁾ et un système d'addition postcolonne.

6.10 Détecteur à ampérométrie pulsée avec une électrode en or⁵⁾.

6.11 Intégrateur système de traitement des données chromatographiques⁶⁾.

6.12 Cartouches échangeuses d'ions à usage unique⁷⁾, à utiliser selon les recommandations du fabricant.

7 Échantillonnage

Il est important que le laboratoire reçoive un échantillon réellement représentatif, non endommagé ou modifié lors du transport et de l'entreposage.

L'échantillonnage ne fait pas partie de la méthode spécifiée dans la présente Norme internationale. Une méthode d'échantillonnage recommandée est donnée dans l'ISO 6670:1983, *Café soluble en caisses doublées — Échantillonnage*.

Lorsque le café soluble n'est pas reçu en caisses doublées, prendre un échantillon représentatif bien mélangé à partir d'unités emballées séparément.

8 Mode opératoire

8.1 Détermination de la teneur en matière sèche

Calculer la teneur en matière sèche sur une portion de l'échantillon pour laboratoire conformément à l'ISO 3726.

8.2 Préparation de l'échantillon pour analyse — Méthode A

Peser, à 0,1 mg près, environ 300 mg de l'échantillon pour laboratoire directement dans une fiole jaugée de 100 ml (6.2). À l'aide d'une éprouvette graduée (6.3), ajouter 70 ml d'eau et agiter jusqu'à dissolution complète. Compléter au trait repère avec de l'eau. Filtrer 5 ml à 10 ml de cette solution sur une cartouche filtrante (6.6). Rejeter les premiers millilitres.

8.3 Préparation de l'échantillon pour analyse — Méthode B

Peser, à 0,1 mg près, environ 300 mg de l'échantillon pour laboratoire directement dans une fiole jaugée de 100 ml (6.2). Ajouter 50 ml d'acide chlorhydrique (5.2) et agiter. Placer la fiole pendant 150 min dans un bain d'eau bouillante (6.8).

Maintenir constamment le niveau de la solution à analyser en dessous de celui de l'eau du bain. Agiter la solution à la main toutes les 30 min. Refroidir à température ambiante en passant la fiole sous l'eau courante. Compléter au trait repère avec de l'eau et filtrer la solution à travers un papier filtre plissé (6.5). Faire passer 3 ml de filtrat sur une cartouche échangeuse d'ions (6.12). Rejeter le premier millilitre.

8.4 Analyse chromatographique

Installer le chromatographe (6.9), le détecteur (6.10) et l'intégrateur (6.11).

Laisser le système s'équilibrer.

Filtrer les solutions étalons (5.5) et les solutions à analyser (8.2 ou 8.3) sur des membranes filtrantes de 0,2 µm (6.7).

Injecter dans le chromatographe le même volume de solution étalon filtrée et de solution à analyser filtrée et séparer les hydrates de carbone dans les conditions indiquées dans les tableaux 1 et 2.

2) Le système BioLC (Dionex) comprenant une pompe à gradient quaternaire modèle GPM-II, un passeur d'échantillons SP8875 (Spectra - Physics) avec une boucle de 20 µl, un module de dégazage d'éluant modèle EDM-II (Dionex) et un réservoir pour l'addition postcolonne de NaOH (Dionex) sont des exemples de produits appropriés disponibles sur le marché.

3) CarboPac PA1 (10 µm, 250 mm × 4 mm) (Dionex) est un exemple de colonne analytique appropriée disponible sur le marché.

4) CarboPac PA (Dionex) est un exemple de précolonne appropriée disponible sur le marché.

5) Le modèle PAD-II (Dionex) est un exemple d'appareillage approprié disponible sur le marché.

6) Le modèle Autolon AI-450 est un exemple de système approprié disponible sur le marché.

7) On Guard-AG (Dionex) est un exemple de cartouche appropriée disponible sur le marché.

Ces informations sont données à l'intention des utilisateurs de la présente Norme internationale et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif des produits ainsi désignés.

Tableau 1 — Préparation de la colonne

Éluant	Temps min	Éluant	Éluant	Mode opératoire
		S1 ml	S2 ml	
Isocratique	0	100	0	Commencer l'enregistrement
	50,0	100	0	Terminer l'enregistrement
	50,1	0	100	Commencer le lavage
	65,0	0	100	Terminer le lavage
	65,1	100	0	Commencer le rééquilibrage
	80,0	100	0	Terminer le rééquilibrage

NOTES

1) Les temps de rétention peuvent varier d'une colonne à l'autre. Commencer le lavage de la colonne uniquement lorsque le dernier monosaccharide (ribose) a été élué.

2) Il peut être nécessaire d'effectuer deux ou trois injections de solution étalon ou de prolonger la durée de rééquilibrage afin d'obtenir une bonne séparation du saccharose et du xylose.

(standards.iteh.ai)

Tableau 2 — Conditions d'analyse

Injection	20 µl
Débit	1,0 ml/min
Addition postcolonne	Éluant S2 (5.4) à un débit de 0,6 ml/min
Température	Ambiante
Détecteur	Remplir la cellule de référence avec l'éluant S2 (5.4). Appliquer les conditions optimales recommandées par le fabricant.

Identifier et quantifier les hydrates de carbone dans la solution à analyser par comparaison avec les temps de rétention et les aires des pics correspondants obtenus pour les solutions étalons.

Injecter une solution étalon toutes les quatre injections, afin de tenir compte de tout changement dans les temps de rétention ou les intégrations des pics.

9 Calcul

La teneur en hydrate de carbone, ω , exprimée en pourcentage en masse, est égale à

$$\omega = \frac{A \cdot m_0 \cdot V}{A_0 \cdot m \cdot V_0} \times 100$$

où

A est l'aire du pic de l'hydrate de carbone dans la solution à analyser (8.4);

A_0 est l'aire du pic de l'hydrate de carbone dans la solution étalon (8.4);

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai dans la solution à analyser (8.2 ou 8.3), exprimée sur matière sèche;

m_0 est la masse, en grammes, de l'hydrate de carbone dans la solution étalon (5.5);

V est le volume, en millilitres, de la solution à analyser (8.2 ou 8.3);

V_0 est le volume, en millilitres, de la solution étalon (5.5).

Prendre comme résultat la moyenne arithmétique de deux déterminations. Exprimer le résultat soit en hydrate de carbone libre (méthode A) ou total (méthode B), à 0,01 % (m/m) près pour chaque hydrate de carbone analysé, ou pour la totalité des hydrates de carbone détectés.

10 Fidélité

Des détails d'un essai interlaboratoire concernant la fidélité de la méthode sont résumés dans l'annexe A. Les valeurs déduites de cet essai interlaboratoire peuvent ne pas être applicables à des gammes et matrices de concentrations autres que celles données.

Les valeurs de répétabilité et de reproductibilité obtenues pour chaque hydrate de carbone sont nettement dépendantes de leur concentration. Dans beaucoup d'échantillons, les concentrations en hydrates de carbone étaient très basses, ce qui explique certaines mauvaises valeurs de reproductibilité. Cependant, avec des concentrations plus élevées, les deux valeurs de fidélité sont acceptables comme il est aussi indiqué dans l'annexe A.

10.1 Répétabilité

La répétabilité est définie comme étant la différence absolue entre deux résultats d'essai individuels, obtenus sur un matériau identique soumis à l'essai dans le même laboratoire et par le même opérateur utilisant le même appareillage et dans un court intervalle de temps.

Il n'est donc pas possible de donner un chiffre exact de répétabilité pour chacun des hydrates de carbone, tant libres que totaux, pour toute une gamme de concentrations possibles.

Cependant, pour autant que la teneur en un hydrate de carbone donné dépasse 0,3 % (m/m), les chiffres montrent que l'écart-type relatif est en moyenne de 4,5 %.

10.2 Reproductibilité

La reproductibilité est définie comme étant la différence absolue entre deux résultats d'essai individuels, obtenus sur un matériau identique soumis à l'essai dans des laboratoires différents par des opérateurs différents utilisant des appareillages différents.

Il n'est pas non plus possible de donner un chiffre exact de reproductibilité pour chacun des hydrates de carbone, tant libres que totaux, pour toute une gamme de concentrations possibles.

Cependant, pour autant que la teneur en un hydrate de carbone donné dépasse 0,3 % (m/m), les chiffres montrent que l'écart-type relatif est en moyenne de 14,3 % (en omettant les résultats obtenus pour le fructose). À des teneurs inférieures à 0,3 % (m/m), le coefficient de variation augmente très brusquement.

Pour chacun des hydrates de carbone, les gammes de reproductibilité et de répétabilité résultant de l'essai interlaboratoire et la gamme appliquée de teneur moyenne sont données dans le tableau 3.

11 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit indiquer

- la méthode selon laquelle l'échantillonnage a été effectué, si elle est connue,
- la méthode utilisée,
- les résultats obtenus pour chaque hydrate de carbone analysé,
- si la répétabilité a été vérifiée, les résultats finaux obtenus.

Il doit, en outre, mentionner tous les détails opératoires non prévus dans la présente Norme internationale, ou considérés comme facultatifs, ainsi que les incidents éventuels susceptibles d'avoir agi sur les résultats.

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

Tableau 3 — Coefficients de variation de reproductibilité et de répétabilité

Hydrate de carbone	Gamme de teneur moyenne appliquée lors de l'essai, % (m/m) sur sec	Gamme de coefficient de variation de reproductibilité, %	Gamme de coefficient de variation de répétabilité, %
Mannitol libre	0,02 à 1,6	59,5 à 9,9	0,9 à 8,2
Arabinose libre	0,46 à 1,3	13,8 à 5,1	1,6 à 7,3
Arabinose total	3,5 à 4,8	21,1 à 4,9	6,6 à 3,0
Galactose libre	0,19 à 0,56	13,0 à 4,1	9,8 à 3,0
Galactose total	8,1 à 18,5	7,5 à 12,9	8,1 à 1,7
Glucose libre	0,04 à 2,0	23,8 à 6,1	10,2 à 2,5
Glucose total	0,68 à 16,6	12,5 à 24,3	8,7 à 3,8
Mannose libre	0,16 à 1,0	40,0 à 16,9	8,2 à 3,8
Mannose total	2,6 à 19,1	10,6 à 21,7	2,0 à 5,8
Xylose total	0,1 à 1,9	37,7 à 20,2	22,9 à 3,7
Fructose libre	0,05 à 3,6	45,2 à 15,5	21,0 à 0,2
Saccharose	0,15 à 1,3	41,6 à 10,0	15,1 à 1,8

ISO 11292:1995

<https://standards.itech.ai/catalog/standards/sist/ec2da692-c05d-48ee-9ec8-22e13c4e1055/iso-11292-1995>

Annexe A (informative)

Résultats d'un essai interlaboratoire

Un essai interlaboratoire a été effectué sur le plan international en 1991 sous les auspices de l'ISO/TC 34, *Produits agricoles alimentaires*, SC 15, *Café*, et organisé par le comité technique de l'AFCASOLE, avec la participation de 11 laboratoires, dont chacun a effectué 2 déterminations sur chaque échantillon de 6 cafés différents du commerce. Cet essai a donné les résultats évalués statistiquement conformément à l'ISO 5725⁸⁾ et présentés dans les tableaux A.1 à A.8.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 11292:1995

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ec2da692-c05d-48ee-9ec8-22e13c4e1055/iso-11292-1995>

8) ISO 5725:1986, *Fidélité des méthodes d'essai — Détermination de la répétabilité et de la reproductibilité d'une méthode d'essai normalisée par essais interlaboratoires*.

Tableau A.1 — Détermination de la teneur en mannitol dans des cafés solubles

Échantillon	1		2		3		4		5		6	
	Libre	Total	Libre	Total	Libre	Total	Libre	Total	Libre	Total	Libre	Total
Nombre de laboratoires retenus après élimination des aberrants	7	11	10	11	10	10	11	11	9	11	8	10
Teneur en mannitol	Libre	Total	Libre	Total	Libre	Total	Libre	Total	Libre	Total	Libre	Total
Teneur moyenne, % (m/m)	0,024	0,179	0,060	0,151	1,582	1,854	0,619	0,782	0,192	0,300	0,059	0,179
Écart-type de répétabilité, s_r	0,000	0,013	0,001	0,011	0,044	0,041	0,022	0,036	0,016	0,032	0,004	0,018
Répétabilité, 2,83 s_r	0,001	0,035	0,002	0,032	0,124	0,115	0,063	0,102	0,045	0,091	0,012	0,050
Coefficient de variation de répétabilité, %	1,547	6,986	0,914	7,609	2,777	2,198	3,594	4,594	8,245	10,776	7,071	9,801
Écart-type de reproductibilité, s_R	0,015	0,075	0,034	0,069	0,157	0,331	0,150	0,161	0,065	0,112	0,029	0,090
Reproductibilité, 2,83 s_R	0,041	0,213	0,098	0,196	0,444	0,938	0,424	0,454	0,183	0,316	0,083	0,254
Coefficient de variation de reproductibilité, %	59,454	41,996	57,581	45,961	9,925	17,866	24,162	20,535	33,789	37,260	49,132	50,084

Tableau A.2 — Détermination de la teneur en arabinose dans des cafés solubles

Échantillon	1		2		3		4		5		6	
	Libre	Total	Libre	Total	Libre	Total	Libre	Total	Libre	Total	Libre	Total
Nombre de laboratoires retenus après élimination des aberrants	11	11	9	11	11	11	11	11	10	9	11	11
Teneur en arabinose	Libre	Total	Libre	Total	Libre	Total	Libre	Total	Libre	Total	Libre	Total
Teneur moyenne, % (<i>m/m</i>)	0,891	3,544	1,325	4,833	0,464	4,759	0,747	4,539	0,505	4,081	0,629	3,786
Écart-type de répétabilité, s_r	0,033	0,234	0,021	0,160	0,017	0,147	0,054	0,209	0,022	0,122	0,026	0,216
Répétabilité, 2,83 s_r	0,092	0,662	0,060	0,453	0,049	0,417	0,154	0,590	0,063	0,344	0,073	0,612
Coefficient de variation de répétabilité, %	3,664	6,597	1,603	3,311	3,755	3,098	7,297	4,594	4,419	2,979	4,092	5,709
Écart-type de reproductibilité, s_R	0,123	0,749	0,068	0,836	0,049	0,598	0,087	0,831	0,039	0,199	0,056	0,771
Reproductibilité, 2,83 s_R	0,349	2,120	0,191	2,365	0,139	1,691	0,247	2,353	0,110	0,562	0,158	2,182
Coefficient de variation de reproductibilité, %	13,832	21,141	5,105	17,289	10,556	12,559	11,707	18,319	7,729	4,868	8,895	20,366