

ISO

ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

RECOMMANDATION ISO R 1026

PRODUITS DÉRIVÉS DES FRUITS ET LÉGUMES
DÉTERMINATION DU RÉSIDU SEC TOTAL

1^{ère} ÉDITION
Mars 1969

REPRODUCTION INTERDITE

Le droit de reproduction des Recommandations ISO et des Normes ISO est la propriété des Comités Membres de l'ISO. En conséquence, dans chaque pays, la reproduction de ces documents ne peut être autorisée que par l'organisation nationale de normalisation de ce pays, membre de l'ISO.

Seules les normes nationales sont valables dans leurs pays respectifs.

Imprimé en Suisse

Ce document est également édité en anglais et en russe. Il peut être obtenu auprès des organisations nationales de normalisation.

HISTORIQUE

La Recommandation ISO/R 1026, *Produits dérivés des fruits et légumes – Détermination du résidu sec total*, a été élaborée par le Comité Technique ISO/TC 34, *Produits agricoles alimentaires*, dont le Secrétariat est assuré par le Magyar Szabványügyi Hivatal (MSZH).

Les travaux relatifs à cette question aboutirent, en 1966, à l'adoption d'un Projet de Recommandation ISO.

En avril 1967, ce Projet de Recommandation ISO (N° 1212) fut soumis à l'enquête de tous les Comités Membres de l'ISO. Il fut approuvé, sous réserve de quelques modifications d'ordre rédactionnel, par les Comités Membres suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	Hongrie	R.A.U.
Argentine	Inde	Roumanie
Australie	Iran	Royaume-Uni
Brésil	Irlande	Tchécoslovaquie
Bulgarie	Israël	Thaïlande
Colombie	Nouvelle-Zélande	Turquie
Corée, Rép. de	Norvège	U.R.S.S.
France	Pologne	Yougoslavie
Grèce	Portugal	

Un Comité Membre se déclara opposé à l'approbation du Projet :

Pays-Bas

Le Projet de Recommandation ISO fut alors soumis par correspondance au Conseil de l'ISO qui décida, en mars 1969, de l'accepter comme RECOMMANDATION ISO.

PRODUITS DÉRIVÉS DES FRUITS ET LÉGUMES

DÉTERMINATION DU RÉSIDU SEC TOTAL

1. OBJET

- 1.1 La présente Recommandation ISO décrit deux méthodes de détermination du résidu sec total dans les produits dérivés des fruits et légumes, à savoir :

- la méthode par dessiccation;
- la méthode par récupération de l'eau.

1.2 Domaine d'application

La méthode par dessiccation, qui consiste à peser le produit avant et après dessiccation dans des conditions définies, est applicable à tous les produits dérivés des fruits et légumes, à l'exception, toutefois, des produits pour lesquels la dessiccation serait trop longue ou modifierait l'état de leurs composants, et de certains produits dont la teneur en eau est inférieure à 10 %.

Dans ces derniers cas, la méthode par récupération de l'eau, qui consiste à mesurer volumétriquement l'eau récupérée, doit être utilisée; l'entraînement par un solvant volatil permet d'éviter d'inclure, dans le dosage, l'ensemble des matières solubles dans le solvant, comme le ferait un épuisement classique par lavage. Cette méthode est cependant délicate et demande beaucoup de soins; elle est utilisable dans le cadre du domaine d'application précité, mais certaines restrictions sont à signaler, par exemple lorsque le produit est riche en fructose ou en certaines matières volatiles.

2. MÉTHODE PAR DESSICCATION

2.1 Définition

On entend par *résidu sec total* l'ensemble des substances qui, dans les conditions physiques de la dessiccation définie dans la présente Recommandation ISO, ne se volatilisent pas. Ces conditions physiques ont été fixées de telle manière que les substances composant ce résidu sec subissent le minimum d'altération.

2.2 Principe

Chauffage jusqu'à masse constante, après homogénéisation, des produits liquides répartis sur une surface absorbante, ou des produits pâteux mélangés à une poudre inerte, à température modérée sous pression réduite.

Les produits perdent ainsi non seulement leur eau "libre", mais encore leurs matières volatiles. Si le résultat obtenu est bien un résidu sec total, la perte de masse est supérieure à la teneur en eau initiale, surtout dans les produits de fermentation.

2.3 Appareillage

- 2.3.1 *Étuve*, permettant de sécher à 70 °C sous une pression de 26 à 33 mbar (de 20 à 25 mmHg), en laissant entrer un faible courant d'air sec (voir paragraphe 2.7.3) à un débit de 40 litres à l'heure environ, mesuré sous la pression atmosphérique avant l'entrée dans l'étuve; par exemple, l'air introduit au moyen d'un robinet est séché par passage, bulle à bulle, dans une fiole de lavage contenant de l'acide sulfurique placé avant le robinet assurant la détente de l'air. La température doit être uniforme en tous points de l'étuve.
- 2.3.2 *Dessiccateur*, garni d'un agent déshydratant efficace.
- 2.3.3 *Balance analytique*.
- 2.3.4 *Capsules métalliques*, résistant à la corrosion (aluminium, nickel ou, de préférence, acier inoxydable mince), cylindriques, à fond plat (par exemple, diamètre environ 60 mm; hauteur 25 mm), munies de couvercles étanches mais mobiles.
- 2.3.5 *Baguette en verre*, de longueur appropriée à la dimension de la capsule.

2.4 Matières de support

2.4.1 Papier.

2.4.1.1 **PAPIER EN BANDES DANS LE CAS DE PRODUITS LIQUIDES.** Utiliser du papier filtre sans cendres. On peut aussi employer du papier filtre préalablement lavé à l'acide chlorhydrique (2 g de HCl au litre) pendant 8 heures, rincé cinq fois à l'eau distillée et séché à l'air. Ce papier est découpé en bandes de 20 millimètres de large. Il peut être gaufré ou plié en accordéon à plis serrés, ou plus simplement enroulé autour d'un mandrin triangulaire de 1 cm de côté. Cette bande se déroule partiellement en donnant une spirale polygonale. On doit placer 4 à 4,5 g de papier par capsule, soit 3 m de bande de papier si le papier pèse 60 à 70 g/m², ou 1 mètre si l'on emploie un papier épais pesant 180 à 200 g/m².

2.4.1.2 **PAPIER EN RONDELLES DANS LE CAS DE PRODUITS SEMI-LIQUIDES.** Utiliser des rondelles en papier filtre fort sans cendre, gaufré, découpées à un diamètre un peu inférieur à celui des capsules. Si l'on ne dispose pas de papier filtre sans cendres, le papier filtre utilisé doit être traité comme indiqué ci-dessus.

2.4.2 *Sable*, pur, lavé à l'acide chlorhydrique à 5 % et rincé, jusqu'à disparition de l'acide chlorhydrique, tamisé de manière que les grains soient de grosseur comprise entre 100 et 400 µm, et calciné.

2.5 Mode opératoire

2.5.1 Préparation de l'échantillon

2.5.1.1 **PRODUITS LIQUIDES OU SEMI-LIQUIDES** (jus, concentrés, jus pulpeux, etc.). Rendre l'échantillon bien homogène.

2.5.1.2 **PRODUITS ÉPAIS, PULPEUX OU HÉTÉROGÈNES** (fruits au sirop, confitures, conserves de légumes, etc.). Après avoir mélangé l'échantillon pour laboratoire, en prélever une quantité suffisante pour deux déterminations, au moins, et rendre homogène à l'aide d'un broyeur mélangeur.

2.5.2 *Prise d'essai*

- 2.5.2.1 PRODUITS LIQUIDES ET SEMI-LIQUIDES.** Sécher préalablement à l'étuve (2.3.1) à 70 °C, dans les conditions décrites au paragraphe 2.3.1, une capsule métallique (2.3.4) dans laquelle ont été disposées les bandes de papier ou deux rondelles de papier gaufré, selon le cas (voir paragraphe 2.4.1), le couvercle étant enlevé. Après 1 heure de séjour à l'étuve, peser la capsule à 0,0002 g près, après refroidissement au dessiccateur (2.3.2), le couvercle étant posé sur la capsule avant qu'elle ne soit retirée de l'étuve.

Prélever, à la pipette, sur l'échantillon préparé conformément au paragraphe 2.5.1, 10 ml (dans le cas de produits liquides) ou quelques millilitres (dans le cas de produits semi-liquides), et imbiber complètement le papier en bandes ou en rondelles, selon le cas (voir paragraphe 2.4.1) dans la capsule (2.3.4), en évitant qu'un excès de liquide ne s'accumule contre le métal. Opérer le plus rapidement possible pour éviter l'action de l'humidité atmosphérique. Fermer la capsule et peser à 0,0002 g près. Pour les produits semi-liquides, on peut faciliter l'imbibition en mouillant légèrement les rondelles de papier avec de l'eau distillée après avoir pesé le produit ajouté.

- 2.5.2.2 PRODUITS ÉPAIS, PULPEUX OU HÉTÉROGÈNES.** Sécher préalablement à l'étuve (2.3.1) à 70 °C, dans les conditions décrites au paragraphe 2.3.1, une capsule métallique (2.3.4) dans laquelle sont mis de 10 à 20 g de sable (2.4.2) et la baguette en verre (2.3.5). Après 1 heure de séjour à l'étuve, peser la capsule à 0,0002 g près, après refroidissement au dessiccateur (2.3.2), le couvercle étant posé sur la capsule avant qu'elle ne soit retirée de l'étuve.

Introduire de 2 à 5 g de l'échantillon préparé conformément au paragraphe 2.5.1 et peser. Mélanger intimement avec le sable au moyen de la baguette en prenant bien soin d'éviter toute perte de produit ou de sable à l'extérieur. Si le mélange se fait difficilement, on peut ajouter un peu d'eau distillée, à condition, bien entendu, de le faire après la pesée du produit introduit.

2.5.3 *Détermination*

- 2.5.3.1 PRODUITS LIQUIDES OU SEMI-LIQUIDES.** Mettre la capsule contenant le papier et la prise d'essai (2.5.2.1) à l'étuve (2.3.1) à 70 °C, le couvercle étant enlevé. Chauffer sous pression réduite tout en établissant un courant d'air sec dans les conditions décrites au paragraphe 2.3.1 (voir paragraphe 2.7.2).

Sécher pendant 3 heures et prolonger la dessiccation jusqu'à ce que deux pesées effectuées à 1 heure d'intervalle ne donnent pas une différence supérieure à 0,001 g. Effectuer les pesées à 0,0002 g près, après refroidissement dans le dessiccateur, le couvercle étant posé sur la capsule avant qu'elle ne soit retirée de l'étuve.

- 2.5.3.2 PRODUITS ÉPAIS, PULPEUX OU HÉTÉROGÈNES.** Mettre la capsule contenant le sable, la baguette et la prise d'essai, le couvercle étant enlevé, dans l'étuve (2.3.1) réglée à 70 °C et munie de son dispositif de balayage par l'air sec. Continuer comme dans le cas des produits liquides (voir paragraphe 2.5.3.1), le temps de séchage de 3 heures étant, cependant, porté à 4 heures (voir paragraphe 2.7.2).

- 2.5.3.3** Effectuer au moins deux déterminations sur le même échantillon préparé.

2.6 *Expression des résultats*

- 2.6.1 Mode de calcul et formule.** Le pourcentage, en masse de résidu sec total, est égal à

$$(M_2 - M_0) \times \frac{100}{M_1 - M_0}$$

où

M_0 est la masse, en grammes, de la capsule munie de ses accessoires (papier ou sable et baguette, couvercle);

M_1 est la masse, en grammes, de la même capsule avec le produit humide, avant l'opération;

M_2 est la masse, en grammes, de la même capsule avec le résidu sec.

Prendre, comme résultat, la moyenne arithmétique des deux déterminations, si les conditions appropriées du paragraphe 2.6.2 sont remplies.

Donner le résultat avec une décimale.

NOTE. — Dans le cas de produits contenant une faible teneur en eau, le résultat peut être exprimé en pourcent en masse, d'eau.

2.6.2 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 être supérieure à

- 1 % en valeur relative pour des teneurs en résidu sec total supérieures à 10 g pour 100 g d'échantillon;
- 2 % en valeur relative pour des teneurs en résidu sec total inférieures ou égales à 10 g pour 100 g d'échantillon.

2.7 Notes sur le mode opératoire

2.7.1 L'appareillage et la technique, dans le cas d'emploi d'un support en papier filtre, peuvent être vérifiés en effectuant les deux essais simples suivants :

- a) *Vérification de l'obturation des capsules.* Une capsule contenant du papier desséché, fermée par son couvercle, abandonnée à l'air du laboratoire après son refroidissement dans le dessiccateur à acide sulfurique, ne doit pas augmenter de masse de plus de 0,001 g à l'heure.
- b) *Vérification du degré de dessiccation.* Une solution de saccharose pur (à 100 g au litre) doit laisser un résidu de 100 ± 1 g au litre.

Une solution d'acide lactique pur (à 10 g au litre) doit laisser un résidu sec total d'au moins 9,5 g au litre.

NOTE. – La solution d'acide lactique pur doit être préparée comme suit :

Diluer 10 ml d'acide lactique pur dans 100 ml d'eau environ. Chauffer cette solution, placée dans une capsule, sur un bain-marie bouillant pendant quatre heures en ajoutant de l'eau distillée si le volume diminue en-dessous de 50 ml environ. Diluer le contenu de la capsule jusqu'au volume de 1 litre et titrer l'acide lactique sur 10 ml de cette solution par une solution alcaline 0,1 N. Ajuster la concentration à 10 g au litre.

Augmenter ou diminuer la durée du séjour dans l'étuve, le débit du courant d'air sec, ou la pression intérieure pour que ces deux conditions soient remplies.

2.7.2 Dans certains cas, il est recommandé d'opérer, durant la première heure, à 70 °C et 132 mbar (100 mmHg) et d'abaisser, ensuite, la pression à 33 mbar (25 mmHg).

2.7.3 Si l'air risque de provoquer une oxydation, utiliser du gaz inerte comme gaz de balayage.

3. MÉTHODE PAR RÉCUPÉRATION D'EAU

3.1 Définition

On entend par *eau* le distillat aqueux entraîné et recueilli selon la méthode décrite.

La teneur en eau est exprimée en pourcent en masse.

3.2 Principe

Entraînement de l'eau sous forme de vapeur par un solvant volatil non miscible à l'eau, condensation et séparation dans un piège à reflux, récupération et mesure du volume d'eau dans un tube gradué.

3.3 Réactif

Benzène.

3.4 Appareillage

3.4.1 *Appareil à entraînement*, comprenant les éléments suivants, reliés entre eux au moyen de joints rodés :

3.4.1.1 *Fioule conique*, à col court, d'au moins 500 ml.

3.4.1.2 *Réfrigérant à reflux.*

3.4.1.3 *Récepteur*, comme représenté sur la Figure, ou appareil équivalent, placé entre la fiole et le réfrigérant.

NOTE. – Afin d'éliminer toute trace de matière grasse du tube gradué et de l'intérieur du tube du réfrigérant, nettoyer l'appareillage, par exemple avec un mélange sulfochromique, et laver successivement avec de l'eau distillée et de l'acétone. Sécher ensuite l'appareillage dans un courant d'air sans chauffage.

3.4.2 *Appareil de chauffage électrique*, muni d'un système de contrôle, ou *bain-marie*.

3.4.3 *Balance*

3.5 Mode opératoire

3.5.1 Préparation de l'échantillon. Rendre l'échantillon homogène au moyen d'un broyeur ou d'un mortier, jusqu'à obtention d'une pâte fine. Ajouter, si nécessaire, une quantité déterminée d'eau, à condition évidemment d'en tenir compte dans le calcul du résultat.

Pour les produits trop épais (banane séchée, par exemple), ajouter une masse égale de sable sec et en tenir compte également dans le calcul des résultats.

3.5.2 Prise d'essai. Peser, à 0,1 g près, de 50 à 100 g de l'échantillon préparé selon le paragraphe 3.5.1.

3.5.3 Détermination. Placer la prise d'essai dans la fiole conique (3.4.1.1) avec une quantité de benzène sensiblement égale à la masse de la prise d'essai utilisée. Ajouter, pour les produits épais, un régularisateur d'ébullition, par exemple quelques fragments de pierre ponce.

Adapter le récepteur (3.4.1.3) à la fiole et au réfrigérant, puis brancher les tubes d'alimentation du réfrigérant.

Chauffer avec ménagement sur l'appareil de chauffage électrique, ou au bain-marie (3.4.2) (voir paragraphe 3.7.2), et maintenir une ébullition douce jusqu'à ce que le solvant distillé devienne limpide et qu'il ne se sépare plus d'eau (environ 3 heures). Le distillat doit tomber goutte à goutte à la base du réfrigérant, à la cadence d'environ 2 gouttes à la seconde.

L'eau s'accumule dans le tube gradué.

En fin d'opération, arrêter le chauffage, puis secouer le réfrigérant afin de faire tomber les gouttes d'eau et de benzène qui resteraient fixées sur les parois.

Faire la lecture du volume d'eau récupéré dans le tube gradué après un temps suffisant pour que l'eau soit parfaitement rassemblée et qu'il n'y ait pas de zone émulsionnée.

Effectuer deux déterminations sur le même échantillon préparé.

3.6 Expression des résultats

Le résidu sec total est, par définition, exprimé par la différence

$$100 - P$$

où P est la teneur en eau du produit, exprimée en grammes pour 100 g de matière utilisée. Tenir compte des dilutions et mélanges opérés au cours de la préparation des échantillons.

Prendre, comme résultat, la moyenne arithmétique des résultats des deux déterminations.

3.7 Notes sur le mode opératoire

3.7.1 Si l'on n'est pas sûr de la graduation de la partie inférieure du tube gradué, on peut, avant de mettre la prise d'essai dans la fiole conique, verser du benzène dans la fiole, ajouter une petite quantité d'eau, en fonction du volume de la partie inférieure du tube, et distiller jusqu'à ce que le volume d'eau, dans le tube gradué, soit constant. Le ménisque doit alors se trouver dans la partie exacte du tube récepteur. La détermination peut alors être faite.

3.7.2 Dans le cas de produits pâteux, il est recommandé d'utiliser le bain-marie comme moyen de chauffage de la fiole conique.

4. 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 cette Recommandation ISO 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.