
Norme internationale



1026

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

Produits dérivés des fruits et légumes — Détermination de la teneur en matière sèche par dessiccation sous pression réduite et détermination de la teneur en eau par distillation azéotropique

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Fruit and vegetable products — Determination of dry matter content by drying under reduced pressure and of water content by azeotropic distillation

Première édition — 1982-03-01

[ISO 1026:1982](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c66ffb94-f5eb-41db-a20d-5b8f0bbc11eb/iso-1026-1982>

CDU 634.1/635.6 : 543.8

Réf. n° : ISO 1026-1982 (F)

Descripteurs : produit agricole, produit dérivé des fruits et légumes, essai, dosage, solide.

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 1026 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits agricoles alimentaires*, et a été soumise aux comités membres en décembre 1980.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée : [ISO 1026:1982](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c66ffb94-f5eb-41db-a20d-5b8f0bba111b/iso-1026-1982>

Afrique du Sud, Rép. d'	France	Pays-Bas
Allemagne, R. F.	Hongrie	Philippines
Australie	Inde	Pologne
Bulgarie	Iran	Portugal
Canada	Iraq	Roumanie
Corée, Rép. de	Irlande	Sri Lanka
Corée, Rép. dém. p. de	Israël	Tchécoslovaquie
Égypte, Rép. arabe d'	Kenya	Thaïlande
Espagne	Malaisie	URSS
Éthiopie	Pakistan	Yougoslavie

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

Cette Norme internationale annule et remplace la Recommandation ISO/R 1026-1969, dont elle constitue une révision technique.

Produits dérivés des fruits et légumes — Détermination de la teneur en matière sèche par dessiccation sous pression réduite et détermination de la teneur en eau par distillation azéotropique

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination de la teneur en matière sèche par dessiccation sous pression réduite et une méthode de détermination de la teneur en eau par distillation azéotropique.

La méthode par dessiccation sous pression réduite est applicable à tous les produits dérivés des fruits et légumes, à l'exception, toutefois, des produits pour lesquels toute dessiccation modifierait l'état de leurs composants et de certains produits dont la teneur en eau est inférieure à 10 %.

Dans ces derniers cas, la teneur en matière sèche peut être obtenue par différence après détermination de la teneur en eau par distillation azéotropique. Cependant cette dernière méthode est sujette à certaines restrictions, par exemple dans le cas de produits solubles dans l'eau ou le benzène ou dans le cas de produits riches en certaines matières volatiles ou produits de fermentation.

2 Détermination de la teneur en matière sèche

2.1 Définition

matière sèche : Ensemble des substances qui ne se volatilisent pas dans les conditions de dessiccation spécifiées dans la présente Norme internationale.

2.2 Principe

Après homogénéisation, chauffage jusqu'à masse constante des produits liquides ou semi-liquides répartis sur une surface absorbante, ou des produits pâteux mélangés à une poudre inerte, à 70 °C sous pression réduite.

2.3 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et notamment :

2.3.1 Étuve, permettant de sécher à 70 °C sous une pression d'environ 3 kPa¹⁾, en laissant entrer un faible courant d'air sec (voir 2.7.3) à un débit de 10 ou 40 l/h, selon le cas, mesuré sous

la pression atmosphérique avant l'entrée dans l'étuve; l'air introduit au moyen d'un robinet est séché, par exemple, par passage, bulle à bulle, dans un flacon laveur 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 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 bien adaptés (voir 2.7.1).

2.3.4 Baguettes en verre, de longueur appropriée à la grandeur des capsules (2.3.3).

2.3.5 Balance analytique.

2.4 Matériaux

2.4.1 Papier en bandes, dans le cas de produits liquides.

Utiliser du papier filtre sans cendres. On peut également employer du papier filtre préalablement lavé au moyen d'une solution d'acide chlorhydrique à 2 g/l pendant 8 h, rincé cinq fois à l'eau distillée et séché à l'air. Découper le papier en bandes de 20 mm de largeur. Gauffer ou plier en accordéon à plis serrés, ou plus simplement enrouler autour d'un mandrin de 1 cm de côté. Cette bande se déroule partiellement en donnant une spirale polygonale. Placer 4 à 4,5 g de papier par capsule, soit 3 m de bande de papier si le grammage du papier est compris entre 60 et 70 g/m², ou 1 m si l'on emploie un papier épais dont le grammage est compris entre 180 et 200 g/m².

2.4.2 Papier en rondelles, dans le cas de produits semi-liquides.

Utiliser des disques de papier filtre fort sans cendres, gaufré, découpés à un diamètre un peu inférieur à celui des capsules. Si l'on ne dispose pas de papier filtre sans cendres, traiter le papier filtre comme décrit en 2.4.1.

1) 3 kPa = 30 mbar

2.4.3 **Sable pur**, dans le cas de produits épais ou solides.

Utiliser du sable pur préalablement lavé au moyen d'une solution d'acide chlorhydrique à 5 % (m/m), rincé jusqu'à disparition de l'acide chlorhydrique (en vérifiant l'absence d'ions chlorure dans les eaux de rinçage au moyen d'une solution de nitrate d'argent), tamisé de manière que les grains soient de grosseur comprise entre 100 et 400 µm, et calciné.

2.5 Mode opératoire

NOTE — L'eau utilisée doit être de l'eau distillée ou de l'eau de pureté au moins équivalente.

2.5.1 Préparation de l'échantillon pour essai

Rendre bien homogène l'échantillon pour laboratoire.

2.5.2 Préparation de l'appareillage

2.5.2.1 Produits liquides ou semi-liquides

Sécher préalablement dans l'étuve, dans les conditions spécifiées en 2.3.1, une capsule métallique (2.3.3) (voir 2.7.1) dans laquelle ont été disposées des bandes de papier (2.4.1) ou deux disques de papier gaufré (2.4.2), selon le cas, le couvercle étant placé à côté de la capsule. Après 1 h de séjour dans l'étuve, peser la capsule à 0,000 2 g près, après refroidissement dans le dessiccateur (2.3.2), le couvercle étant posé sur la capsule avant qu'elle ne soit retirée de l'étuve.

2.5.2.2 Produits épais, pulpeux ou hétérogènes

Sécher préalablement dans l'étuve, dans les conditions spécifiées en 2.3.1, une capsule métallique (2.3.3) (voir 2.7.1) dans laquelle ont été placés 10 à 20 g de sable (2.4.3) et une baguette en verre (2.3.4), le couvercle étant placé à côté de la capsule. Après 1 h de séjour dans l'étuve, peser la capsule à 0,000 2 g près, après refroidissement dans le dessiccateur (2.3.2), le couvercle étant posé sur la capsule avant qu'elle ne soit retirée de l'étuve.

2.5.3 Prise d'essai

2.5.3.1 Produits liquides ou semi-liquides

Prélever, à l'aide d'une pipette, 10 ml [dans le cas de produits liquides (voir la note)] ou quelques millilitres (dans le cas de produits semi-liquides) de l'échantillon pour essai (2.5.1) et imbiber complètement le papier en bandes ou en rondelles, selon le cas, dans la capsule, en évitant qu'un excès de liquide ne s'accumule contre le métal.

Opérer le plus rapidement possible pour éviter toute évaporation. Fermer la capsule et peser à 0,000 2 g. Pour les produits semi-liquides, on peut faciliter l'imbibition en mouillant légèrement les disques de papier avec de l'eau avant la pesée de la prise d'essai.

NOTE — Dans le cas de produits liquides, si l'on désire exprimer la matière sèche en grammes pour 100 ml de produit, prélever 10 ml à l'aide d'une pipette de précision. Dans ce cas, ne pas tenir compte du 2^{ème} alinéa ci-dessus.

2.5.3.2 Produits épais, pulpeux ou hétérogènes

Introduire, dans la capsule, 2 à 5 g de l'échantillon pour essai (2.5.1) et peser à 0,000 2 g près. 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, ajouter un peu d'eau, à condition, bien entendu, de le faire après la pesée de la prise d'essai.

2.5.4 Détermination

Introduire, dans l'étuve (2.3.1) réglée à 70 °C, la capsule contenant la prise d'essai et munie des accessoires avec lesquels elle a été pesée (voir 2.5.3.1 ou 2.5.3.2), le couvercle étant placé à côté de la capsule. Réduire la pression à 3 kPa tout en établissant un courant d'air sec à un débit de 40 l/h (voir 2.3.1, 2.7.2 et 2.7.3).

Sécher durant 3 h dans le cas de produits liquides ou semi-liquides, ou durant 4 h dans les autres cas. Laisser refroidir dans le dessiccateur, le couvercle étant posé sur la capsule avant qu'elle ne soit retirée de l'étuve, puis peser à 0,000 2 g près.

Sécher à nouveau jusqu'à ce que la différence entre les résultats de deux pesées, effectuées à 1 h d'intervalle, ne dépasse pas 0,001 g.

2.5.5 Nombre de déterminations

Effectuer deux déterminations sur le même échantillon pour essai (2.5.1).

2.6 Expression des résultats

2.6.1 Mode de calcul et formule

La teneur en matière sèche, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$(m_2 - m_0) \times \frac{100}{m_1 - m_0}$$

où

m_0 est la masse, en grammes, de la capsule munie de ses accessoires (papier ou sable et baguette, couvercle) (voir 2.5.2.1 ou 2.5.2.2);

m_1 est la masse, en grammes, de la même capsule contenant la prise d'essai avant dessiccation (voir 2.5.3.1 ou 2.5.3.2);

m_2 est la masse, en grammes, de la capsule précédente après dessiccation.

Prendre comme résultat la moyenne arithmétique des deux déterminations (2.5.5) si la condition de répétabilité (voir 2.6.2) est remplie.

NOTES

1 Dans le cas de produits ayant une faible teneur en eau, le résultat peut être exprimé en pourcentage en masse d'eau.

2 Dans le cas de produits liquides, si la prise d'essai a été effectuée en volume (voir la note de 2.5.3.1), la teneur en matière sèche, exprimée en grammes pour 100 ml de produit, est donnée par la formule

$$(m_2 - m_0) \times \frac{100}{V}$$

où

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

m_2 et m_0 ont les mêmes significations que dans la formule précédente.

2.6.2 Répétabilité

La différence entre les résultats des deux déterminations (2.5.5), effectuées simultanément ou rapidement l'une après l'autre par le même analyste, ne doit pas dépasser

1 % (en valeur relative) pour des teneurs en matière sèche supérieures à 10 g pour 100 g ou 100 ml d'échantillon;

2 % (en valeur relative) pour des teneurs en matière sèche inférieures ou égales à 10 g pour 100 g ou 100 ml d'échantillon.

2.7 Notes sur le mode opératoire

2.7.1 Dans le cas d'emploi d'un support en papier filtre, l'étanchéité des capsules (2.3.3) peut être vérifiée de la façon suivante.

La masse d'une capsule contenant du papier filtre et préalablement séchée comme décrit en 2.5.2.1, puis fermée par son couvercle et abandonnée à l'air du laboratoire après son refroidissement dans le dessiccateur (2.3.2), ne doit pas augmenter de plus de 0,001 g à l'heure.

2.7.2 Dans certains cas particuliers, notamment pour les analyses en séries, il peut être préférable de fixer les conditions de dessiccation au moyen des essais de contrôle suivants.

Une solution de saccharose pur à 100 g/l doit laisser un résidu sec total de 100 ± 1 g/l.

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

NOTE — La solution d'acide lactique pur doit être préparée de la façon suivante. Diluer 10 ml d'acide lactique pur dans environ 100 ml d'eau. Chauffer cette solution, placée dans une capsule, sur un bain d'eau bouillante durant 4 h en ajoutant de l'eau si le volume diminue en dessous d'environ 50 ml. Compléter le volume à 1 litre dans une fiole jaugée et titrer l'acide lactique sur 10 ml de cette solution au moyen d'une solution alcaline à 0,1 mol/l.

Ajuster la concentration à 10 g/l.

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

1) 13,2 kPa = 132 mbar

2) 3,3 kPa = 33 mbar

3) Dans certains laboratoires, l'utilisation du benzène n'est pas autorisée.

2.7.3 Dans certains cas, il est recommandé d'opérer, durant la première heure, à 70 °C et 13,2 kPa¹⁾ et d'abaisser, ensuite, la pression à 3,3 kPa²⁾.

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

3 Détermination de la teneur en eau

3.1 Définitions

3.1.1 **eau** : Distillat aqueux entraîné et recueilli selon la méthode par distillation azéotropique spécifiée dans la présente Norme internationale.

La teneur en eau est exprimée en pourcentage en masse.

3.1.2 **matière sèche** : Résultat obtenu en soustrayant de la masse du produit la masse d'eau entraînée dans les conditions spécifiées dans la présente Norme internationale.

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 mesurage du volume d'eau dans un tube gradué.

3.3 Réactif

Benzène, ou toluène.³⁾

3.4 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et notamment :

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

3.4.1.1 **Fiole conique**, d'au moins 500 ml de capacité.

3.4.1.2 **Réfrigérant à reflux**.

3.4.1.3 **Récepteur**, composé d'un tube gradué en 0,1 ml, adaptable à la fiole et au réfrigérant (voir la figure).

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.

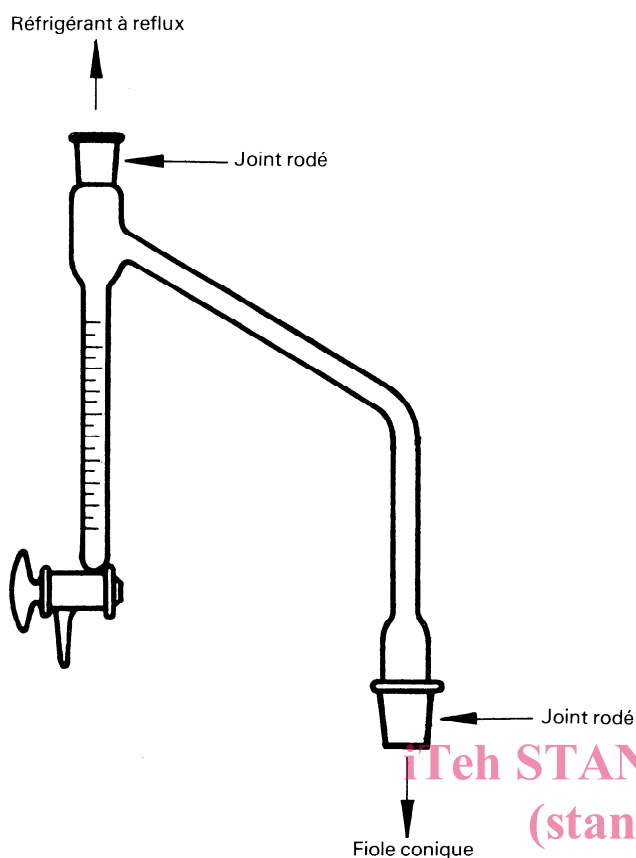


Figure — Récepteur

3.4.2 Appareil de chauffage électrique, muni d'un système de contrôle et d'un agitateur magnétique, ou **bain d'eau bouillante**.

3.4.3 Balance.

3.5 Mode opératoire

3.5.1 Préparation de l'échantillon pour essai

Rendre bien homogène l'échantillon pour laboratoire.

3.5.2 Prise d'essai

Peser, à 0,1 g près, le maximum d'échantillon pour essai (3.5.1) (une prise d'essai de 50 g convient généralement).

3.5.3 Détermination

Introduire quantitativement la prise d'essai (3.5.2) dans la fiolle conique (3.4.1.1) avec une quantité de solvant (3.3) sensiblement égale à la masse de la prise d'essai. 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 fiolle et au réfrigérant (3.4.1.2), puis brancher les tubes d'alimentation du réfrigérant.

Chauffer avec ménagement sur l'appareil de chauffage électrique, ou au bain d'eau bouillante (3.4.2) (voir 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 h). 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 solvant qui adhèrent à la paroi.

Laisser refroidir le tube récepteur jusqu'à la température ambiante en l'immergeant éventuellement dans l'eau.

Lire le volume d'eau recueillie 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 (voir 3.7.1).

3.5.4 Nombre de déterminations

Effectuer deux déterminations sur le même échantillon pour essai (3.5.1).

3.6 Expression des résultats

3.6.1 La teneur en eau, H , exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$\frac{V}{m} \times 100$$

ou m est la masse, en grammes, de la prise d'essai (3.5.2);

V est le volume, en millilitres, d'eau recueillie dans le tube gradué (la masse volumique de l'eau est supposée être égale à 1 g/ml).

3.6.2 La teneur en matière sèche, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$100 - H$$

où H est la teneur en eau calculée selon 3.6.1.

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 d'introduire la prise d'essai dans la fiolle conique, verser du solvant dans la fiolle, 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 effectuée.

Il est également possible d'ajouter de l'eau dans le tube gradué jusqu'à un trait de graduation donné, avant d'exécuter la distillation.

3.7.2 Dans le cas de produits pâteux, il est recommandé d'utiliser le bain d'eau bouillante comme moyen de chauffage de la fiolle conique.

4 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 Norme internationale,

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.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 1026:1982](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c66ffb94-f5eb-41db-a20d-5b8f0bbc11eb/iso-1026-1982)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c66ffb94-f5eb-41db-a20d-5b8f0bbc11eb/iso-1026-1982>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1026:1982

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c66ffb94-f5eb-41db-a20d-5b8f0bbc11eb/iso-1026-1982>