

---

# NORME INTERNATIONALE 2448

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

---

*Détermination de la teneur en*

## Produits dérivés des fruits et légumes – Dosage de l'éthanol

Première édition – 1973-05-15

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
(standards.iteh.ai)

ISO 2448:1973

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/175c6d5e-9ce4-4fdb-9849-5c532a87bf38/iso-2448-1973>

34

---

CDU 664.8 : 543.8 : 547.262

Réf. N° : ISO 2448-1973 (F)

**Descripteurs** : produit dérivé de fruits, produit végétal, analyse chimique, dosage, éthanol, analyse volumétrique.

Prix basé sur 3 pages

# Produits dérivés des fruits et légumes – Dosage de l'éthanol

## 1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

### 1.1 Objet

La présente Norme Internationale spécifie une méthode de dosage chimique de l'éthanol dans les produits dérivés des fruits et légumes.

### 1.2 Domaine d'application

La méthode n'est pas applicable aux produits contenant plus de 5 % (*m/m*) d'éthanol.

Dans le cas de produits contenant des huiles essentielles, il est nécessaire de procéder à l'élimination de celles-ci (voir chapitre 8).

## 2 DÉFINITION

Dans le cadre de la présente Norme Internationale, la définition suivante est applicable :

**éthanol** : Ensemble des produits oxydables, dans les conditions de la méthode décrite.

La teneur en éthanol est exprimée en pourcentage en masse, dans le cas de produits solides, et en grammes par 100 ml, dans le cas de produits liquides.

## 3 PRINCIPE

Séparation de l'éthanol par distillation, puis oxydation en milieu sulfurique par le dichromate de potassium. Dosage de l'excès de dichromate par le sulfate de fer(II) et d'ammonium, en présence d'orthophénantroline ferreuse.

## 4 RÉACTIFS

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

**4.1 Acide sulfurique**,  $\rho_{20} = 1,836$  g/ml.

**4.2 Acide sulfurique**,  $\rho_{20} = 1,488$  g/ml, solution à 500 ml d'acide sulfurique (4.1) par litre.

**4.3 Hydroxyde de calcium**  $[\text{Ca}(\text{OH})_2]$ , suspension obtenue en délitant 110 à 112 g d'oxyde de calcium dans 1 litre d'eau.

**4.4 Dichromate de potassium**, solution à 42,572 g de  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  par litre.

1 ml de cette solution correspond à 0,01 g d'éthanol.

**4.5 Permanganate de potassium**, solution à 1,372 g de  $\text{KMnO}_4$  par litre.

10 ml de cette solution correspondent à 1 ml de solution de sulfate de fer(II) et d'ammonium (4.6).

**4.6 Sulfate de fer(II) et d'ammonium hexahydraté**  $[\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ , solution à 170,2 g/l, contenant 20 ml d'acide sulfurique (4.1) par litre, obtenue par dissolution dans l'eau, addition d'acide sulfurique (4.1) et en complétant au volume avec de l'eau.

Stabiliser par addition de copeaux d'aluminium.

2 ml de cette solution correspondent à 1 ml de solution de dichromate de potassium (4.4).

**4.7 Orthophénantroline ferreuse**, en solution.

Dissoudre 0,695 g de sulfate de fer(II) heptahydraté ( $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ) dans 100 ml d'eau, ajouter 1,485 g de monohydrate d'orthophénantroline. Chauffer pour favoriser la dissolution.

Cette solution se conserve bien.

## 5 APPAREILLAGE

**5.1 Appareil à distiller**, comprenant un ballon de 500 ml surmonté d'une colonne rectificatrice et d'un réfrigérant descendant vertical terminé par une allonge légèrement effilée dont l'extrémité doit pouvoir plonger jusqu'au fond d'une fiole jaugée de 100 ml.

Tout autre modèle d'appareil à distiller ou d'entraînement à la vapeur peut être utilisé, à condition que l'appareil adopté réponde à l'essai suivant :

200 ml d'un mélange eau-éthanol à 10 %, distillé cinq fois de suite, doit contenir au moins 9,9 % d'éthanol après la dernière distillation, c'est-à-dire qu'il ne doit pas se produire de perte d'éthanol supérieure à 0,02 % au cours d'une distillation.

#### 6.4 Essai à blanc

Faire un essai à blanc dans les mêmes conditions que pour le titrage, en remplaçant le volume  $V_0$  de distillat par le même volume d'eau distillée. Soit  $V_3$  le volume de solution de fer(II) et d'ammonium (4.6) utilisé en opérant comme en 6.3.3.

#### 6.5 Notes sur le mode opératoire

**6.5.1** Si la prise d'essai contient une quantité trop faible d'éthanol, on peut employer une plus petite quantité de solution de dichromate de potassium (4.4), soit 10 ou 5 ml de cette solution, complétée respectivement avec 10 ou 15 ml d'eau. En tenir compte dans les calculs.

**6.5.2** On peut aussi effectuer le titrage de l'excès de dichromate par la solution de sulfate de fer(II) et d'ammonium (4.6) en présence d'un mélange de

- 1 ml d'acide orthophosphorique à 85 %,  $\rho_{20} = 1,71$  g/ml,

et

- 1 ml de solution à 0,5 g de diphénylamino-sulfonate de baryum pour 100 ml.

## 7 EXPRESSION DES RÉSULTATS

### 7.1 Mode de calcul et formules

#### 7.1.1 Produits solides

La teneur en éthanol, exprimée en pourcentage en masse, est égale à

$$0,01 \bar{V}_1 \times \frac{(V_3 - V_2)}{V_3} \times \frac{100}{V_0} \times \frac{100}{m}$$

où

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

$V_0$  est le volume, en millilitres, de distillat prélevé pour effectuer le titrage;

$V_1$  est le volume, en millilitres, de solution de dichromate de potassium utilisé pour l'oxydation;

$V_2$  est le volume, en millilitres, de solution de sulfate de fer(II) et d'ammonium utilisé pour le titrage en retour du dichromate;

$V_3$  est le volume, en millilitres, de solution de sulfate de fer(II) et d'ammonium utilisé pour l'essai à blanc.

#### 7.1.2 Produits liquides

La teneur en éthanol, exprimée en grammes pour 100 ml de produit, est égale à

$$0,01 V_1 \times \frac{(V_3 - V_2)}{V_3} \times \frac{100}{V_0} \times \frac{100}{V_4}$$

où

$V_0, V_1, V_2, V_3$  ont la même signification qu'en 7.1.1;

$V_4$  est le volume, en millilitres, de la prise d'essai.

Prendre comme résultat la moyenne arithmétique des deux déterminations, si les conditions de répétabilité (voir 7.2) sont remplies. Dans le cas contraire, effectuer à nouveau les déterminations.

Noter le résultat avec deux chiffres significatifs.

### 7.2 Répétabilité

La différence entre les résultats de deux dosages effectués simultanément ou rapidement l'un après l'autre, par le même analyste, ne doit pas excéder 1 %, en valeur relative, de la valeur moyenne.

## 8 CAS PARTICULIER DES PRODUITS CONTENANT DES HUILES ESSENTIELLES

En présence d'huiles essentielles, le distillat est trouble et surmonté de gouttes d'huiles essentielles. Le mode opératoire doit être complété ainsi :

Recueillir le distillat dans la fiole jaugée de 100 ml et laisser pendant 2 h au repos. Compléter au trait de jauge avec de l'eau, la surface de séparation des deux phases, huile essentielle et eau, étant au niveau du trait de jauge. Laisser à nouveau reposer pendant 1 à 2 h.

Rejeter la petite quantité d'huile essentielle qui s'est rassemblée à la surface, soit par aspiration avec une pipette fine, soit par filtration sur papier sur entonnoir couvert.

Placer le filtrat encore trouble dans un flacon de 150 ml, avec 10 g de polystyrène granulé (grains de 1 à 2 mm). Agiter le flacon bouché pendant une quinzaine de minutes, puis tamiser le mélange sur gaze en entonnoir couvert; le liquide doit être devenu limpide et avoir perdu presque complètement son odeur. Poursuivre alors le dosage sur ce liquide.

## 9 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 2448:1973

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/175c6d5e-9ce4-4fdb-9849-5c532a87b38/iso-2448-1973>