

PROJET  
FINAL

NORME  
INTERNATIONALE

ISO/FDIS  
5773

ISO/TC 38/SC 23

Secrétariat: KATS

Début de vote:  
**2023-01-24**

Vote clos le:  
**2023-03-21**

---

---

## Textiles — Détermination des composants des fibres de lin

*Textiles — Determination of components in flax fibres*

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO/FDIS 5773

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0b04ee67-eda5-4d51-9d3f-e71e1fc72a09/iso-fdis-5773>

LES DESTINATAIRES DU PRÉSENT PROJET SONT INVITÉS À PRÉSENTER, AVEC LEURS OBSERVATIONS, NOTIFICATION DES DROITS DE PROPRIÉTÉ DONT ILS AURAIENT ÉVENTUELLEMENT CONNAISSANCE ET À FOURNIR UNE DOCUMENTATION EXPLICATIVE.

OUTRE LE FAIT D'ÊTRE EXAMINÉS POUR ÉTABLIR S'ILS SONT ACCEPTABLES À DES FINS INDUSTRIELLES, TECHNOLOGIQUES ET COMMERCIALES, AINSI QUE DU POINT DE VUE DES UTILISATEURS, LES PROJETS DE NORMES INTERNATIONALES DOIVENT PARFOIS ÊTRE CONSIDÉRÉS DU POINT DE VUE DE LEUR POSSIBILITÉ DE DEVENIR DES NORMES POUVANT SERVIR DE RÉFÉRENCE DANS LA RÉGLEMENTATION NATIONALE.



Numéro de référence  
ISO/FDIS 5773:2023(F)

© ISO 2023

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO/FDIS 5773

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0b04ee67-eda5-4d51-9d3f-e71e1fc72a09/iso-fdis-5773>



**DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT**

© ISO 2023

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, 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, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office  
Case postale 401 • Ch. de Blandonnet 8  
CH-1214 Vernier, Genève  
Tél.: +41 22 749 01 11  
E-mail: [copyright@iso.org](mailto:copyright@iso.org)  
Web: [www.iso.org](http://www.iso.org)

Publié en Suisse

## Sommaire

Page

<b>Avant-propos</b> .....	<b>iv</b>
<b>1</b> <b>Domaine d'application</b> .....	<b>1</b>
<b>2</b> <b>Références normatives</b> .....	<b>1</b>
<b>3</b> <b>Termes et définitions</b> .....	<b>1</b>
<b>4</b> <b>Principe</b> .....	<b>1</b>
<b>5</b> <b>Réactifs</b> .....	<b>1</b>
<b>6</b> <b>Appareillage</b> .....	<b>2</b>
<b>7</b> <b>Mode opératoire d'essai</b> .....	<b>3</b>
7.1    Préparation des solutions étalons .....	3
7.1.1    Solutions aqueuses d'oxalate d'ammonium .....	3
7.1.2    Solution aqueuse d'hydroxyde de sodium .....	3
7.1.3    Solution aqueuse d'acide acétique .....	3
7.1.4    Solution éthanolique d'acide chlorhydrique .....	3
7.1.5    Solution mère étalon d'acide galacturonique .....	3
7.1.6    Solution éthanolique de carbazole .....	3
7.1.7    Solution aqueuse d'acide chlorhydrique .....	3
7.1.8    Solution chromogène d'acide dinitrosalicylique (DNS) .....	4
7.1.9    Solution mère étalon de glucose .....	4
7.1.10    Solution aqueuse d'acide sulfurique .....	4
7.1.11    Solution aqueuse de chlorure de baryum .....	4
7.1.12    Solution d'anthrone dans l'acide sulfurique .....	4
7.2    Échantillonnage et préparation des éprouvettes .....	4
7.2.1    Échantillonnage .....	4
7.2.2    Préparation des éprouvettes .....	4
7.3    Détermination de la teneur en graisse et en cire .....	5
7.3.1    Extraction à l'acétone .....	5
7.3.2    Calculs .....	5
7.4    Détermination de la teneur en pectine .....	5
7.4.1    Établissement de la courbe d'étalonnage de l'acide galacturonique .....	5
7.4.2    Extraction de la pectine par la solution aqueuse d'oxalate d'ammonium .....	6
7.4.3    Précipitation de la pectine .....	6
7.4.4    Préparation de la solution pour essai de pectine .....	6
7.4.5    Essai spectrophotométrique .....	6
7.4.6    Calculs .....	6
7.5    Détermination de la teneur en hémicellulose .....	7
7.5.1    Établissement de la courbe d'étalonnage du glucose .....	7
7.5.2    Hydrolyse et extraction de l'hémicellulose par l'acide chlorhydrique chaud .....	7
7.5.3    Essai spectrophotométrique .....	7
7.5.4    Calculs .....	8
7.6    Détermination de la teneur en lignine .....	8
7.6.1    Préparation des échantillons .....	8
7.6.2    Calculs .....	9
7.7    Détermination de la teneur en cellulose .....	9
7.7.1    Établissement de la courbe d'étalonnage du glucose .....	9
7.7.2    Extraction et hydrolyse de la cellulose .....	9
7.7.3    Essai spectrophotométrique .....	10
7.7.4    Calculs .....	10
<b>8</b> <b>Rapport d'essai</b> .....	<b>10</b>

## 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 (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient en particulier de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir [www.iso.org/directives](http://www.iso.org/directives)).

L'attention est attirée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir [www.iso.org/brevets](http://www.iso.org/brevets)).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la nature volontaire des normes, la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: [www.iso.org/iso/fr/avant-propos.html](http://www.iso.org/iso/fr/avant-propos.html).

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 38, *Textiles*, sous-comité SC 23, *Fibres et fils*.

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse [www.iso.org/members.html](http://www.iso.org/members.html).

# Textiles — Détermination des composants des fibres de lin

## 1 Domaine d'application

Le présent document spécifie les méthodes d'essai pour l'analyse quantitative de la teneur en cellulose, en hémicellulose, en lignine, en pectine, en graisse et en cire dans les fibres de lin.

Ce document s'applique aux fibres de lin et peut être utilisé comme guide de référence pour les essais réalisés sur d'autres fibres libériennes.

## 2 Références normatives

Les documents suivants sont cités dans le texte de sorte qu'ils constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 1130, *Fibres textiles — Diverses méthodes d'échantillonnage en vue des essais*

ISO 3696, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai*

ISO 4793, *Filtres frittés de laboratoire — Échelle de porosité — Classification et désignation*

## 3 Termes et définitions

Le présent document ne contient pas de liste de termes et définitions.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <https://www.electropedia.org/>

## 4 Principe

Les fibres de lin ont été traitées physiquement et chimiquement afin d'extraire et de séparer les différents composants, qui ont ensuite été soumis à détermination quantitative par une analyse gravimétrique, un titrage et une spectrophotométrie.

## 5 Réactifs

**5.1 Hydroxyde de sodium**, n° CAS 8012-01-9, de pureté supérieure à 95 %.

**5.2 Acide sulfurique**, n° CAS 7664-93-9, de pureté comprise entre 95 % et 98 %,  $\rho = 1,84$  g/ml.

**5.3 Oxalate d'ammonium**, n° CAS 1113-38-8, de pureté supérieure à 99 %.

**5.4 Anthrone**, n° CAS 90-44-8, de qualité analytique.

**5.5 Eau de qualité 3**, conformément à l'ISO 3696.

- 5.6 **Acétone**, n° CAS 67-64-1, de pureté supérieure à 99,5 %.
- 5.7 **Éthanol anhydre**, n° CAS 9003-99-0, de pureté supérieure à 99 %.
- 5.8 **Hydroxyde d'ammonium**, n° CAS 1336-21-6; concentration en ammoniacque comprise entre 25 % et 28 %,  $\rho = 0,90$  g/ml.
- 5.9 **Acide chlorhydrique**, n° CAS 7647-01-0; fraction massique en acide chlorhydrique comprise entre 36 % et 38 %,  $\rho = 1,19$  g/ml.
- 5.10 **Acide alpha-D-galacturonique**, n° CAS 91510-62-2, de pureté supérieure à 97 %.
- 5.11 **Carbazole**, n° CAS 86-74-8, de pureté supérieure à 98 %.
- 5.12 **Glucose anhydre**, n° CAS 50-99-7, de pureté supérieure à 99,5 %.
- 5.13 **Tartrate de sodium et de potassium tétrahydraté**, n° CAS 6381-59-5, de pureté supérieure à 99 %.
- 5.14 **Acide 3,5-dinitrosalicylique**, n° CAS 609-99-4, de pureté supérieure à 98 %.
- 5.15 **Phénol**, n° CAS 50-95-2, de pureté supérieure à 99 %.
- 5.16 **Chlorure de baryum**, n° CAS 10361-37-2, de pureté supérieure à 99 %.

## 6 Appareillage

- 6.1 **Extracteur Soxhlet**, ensemble compatible avec un ballon à fond rond de 250 ml.
- 6.2 **Papier-filtre**, avec une gamme de rétention de particules de 4  $\mu\text{m}$  à 7  $\mu\text{m}$  et une épaisseur de 180  $\mu\text{m}$ .
- 6.3 **Réfrigérant en verre**, sphérique, de 300 mm.
- 6.4 **Ballons à fond rond**, de 100 ml, 250 ml et 1 000 ml.
- 6.5 **Éprouvette graduée en verre**, de 250 ml.
- 6.6 **Entonnoir filtrant**, de 100 ml, en verre résistant à la chaleur, avec fritté de verre de 16  $\mu\text{m}$  à 40  $\mu\text{m}$  (fritté de type P40 conformément à l'ISO 4793).
- 6.7 **Flacons de filtration**, de 250 ml et 1 000 ml.
- 6.8 **Fioles jaugées**, de 25 ml, 50 ml, 100 ml, 250 ml, 500 ml et 1 000 ml.
- 6.9 **Spectrophotomètre**, fonctionnant dans les gammes visible et d'ultraviolet de 200 nm à 800 nm, compatible avec une cuvette de 1 cm.
- 6.10 **Tubes colorimétriques**, de 25 ml.
- 6.11 **Balance électronique**, d'une résolution de 0,01 g, utilisée pour la préparation des éprouvettes.

**6.12 Balance d'analyse électronique**, d'une résolution de 0,000 1 g, utilisée pour la préparation de la solution étalon.

**6.13 Bain d'huile**, avec thermostat réglable entre 37 °C et 150 °C.

**6.14 Étuve ventilée**, avec température réglable par paliers de 1 °C dans une plage de température comprise entre 50 °C et 150 °C.

**6.15 Plaque chauffante**, avec température réglable par paliers de 1 °C et température de surface maximale d'au moins 300 °C.

**6.16 Dessiccateur en verre**, de 180 mm de diamètre.

**6.17 Bécher en verre**, de 100 ml, 250 ml, 500 ml et 1 000 ml.

**6.18 Bain-marie thermostaté**, avec thermostat réglable entre 40 °C et 100 °C.

## 7 Mode opératoire d'essai

### 7.1 Préparation des solutions étalons

#### 7.1.1 Solutions aqueuses d'oxalate d'ammonium

Dans deux fioles jaugées de 500 ml (6.8), préparer deux solutions d'eau (5.5) et d'oxalate d'ammonium (5.3) à 10 g/l et 5 g/l.

#### 7.1.2 Solution aqueuse d'hydroxyde de sodium

Dans une fiole jaugée de 250 ml (6.8), préparer une solution d'eau (5.5) et d'hydroxyde de sodium (5.1) à 0,1 mol/l.

Dans une fiole jaugée de 250 ml (6.8), préparer une solution d'eau (5.5) et d'hydroxyde de sodium (5.1) à 0,5 mol/l.

#### 7.1.3 Solution aqueuse d'acide acétique

Dans une fiole jaugée de 500 ml (6.8), préparer une solution d'eau (5.5) et d'acide acétique (5.4) à 1 mol/l.

#### 7.1.4 Solution éthanolique d'acide chlorhydrique

Ajouter 11 ml d'acide chlorhydrique (5.9) dans 1 000 ml d'éthanol anhydre (5.7) et bien mélanger.

#### 7.1.5 Solution mère étalon d'acide galacturonique

Préparer 100 ml de solution d'eau (5.5) et d'acide galacturonique (5.10) à 1 000 mg/l.

#### 7.1.6 Solution éthanolique de carbazole

Préparer 50 ml de solution d'éthanol (5.7) et de carbazole (5.11) à 0,15 %.

#### 7.1.7 Solution aqueuse d'acide chlorhydrique

Préparer une solution d'eau (5.5) et d'acide chlorhydrique (5.9) à 2 mol/l dans une fiole jaugée de 500 ml (6.8).

### 7.1.8 Solution chromogène d'acide dinitrosalicylique (DNS)

Dans un bécher de 100 ml (6.17) rempli de 50 ml d'eau (5.5), ajouter 18,20 g de tartrate de sodium et de potassium tétrahydraté (5.13) et chauffer le mélange sur une plaque chauffante (6.15) jusqu'à une température légèrement inférieure à 50 °C. Ajouter successivement 0,63 g d'acide 3,5-dinitrosalicylique (5.14), 4,10 g d'hydroxyde de sodium (5.1) précédemment dissous dans 15 ml à 20 ml d'eau (5.5) et 4,16 g de phénol (5.15) à cette solution chauffée dans le bécher tout en agitant jusqu'à complète dissolution. Laisser refroidir la solution jusqu'à atteindre la température ambiante et la transvaser dans une fiole jaugée de 100 ml. Rincer trois fois le bécher avec 5 ml d'eau (5.5) en versant les liquides de rinçage dans la fiole jaugée. Diluer jusqu'au repère en ajoutant de l'eau (5.5).

NOTE Conserver cette solution de travail dans un flacon brun, à température ambiante, pendant 7 jours avant utilisation. Elle est à conserver jusqu'à 3 mois dans l'obscurité et à une température comprise entre 0 °C et 4 °C.

### 7.1.9 Solution mère étalon de glucose

Dans une fiole jaugée de 250 ml (6.8), préparer une solution d'eau (5.5) et de glucose (5.12) à 1 000 mg/l.

### 7.1.10 Solution aqueuse d'acide sulfurique

Dans un bécher de 100 ml (6.17) rempli de 26,5 ml d'eau (5.5), ajouter lentement 40 ml d'acide sulfurique concentré (5.2) tout en agitant. Bien mélanger et laisser refroidir jusqu'à atteindre la température ambiante.

### 7.1.11 Solution aqueuse de chlorure de baryum

Préparer une solution d'eau (5.5) et de chlorure de baryum (5.16) à 0,5 mol/l dans une fiole jaugée de 100 ml (6.8).

### 7.1.12 Solution d'anthrone dans l'acide sulfurique

Dans un bécher de 250 ml (6.17) contenant 5 ml d'eau (5.5), ajouter doucement 95 ml d'acide sulfurique (5.2) et faire refroidir le mélange dans un bain de glace. Peser 0,2 g d'anthrone (5.4) et le dissoudre dans la solution froide d'acide sulfurique. Diluer la solution ainsi obtenue en la versant doucement dans 20 ml d'eau (5.5), tout en maintenant le tout au froid dans un bain de glace.

NOTE Cette solution de travail est à utiliser dans l'heure qui suit sa préparation et à conserver au réfrigérateur entre 0 °C et 4 °C jusqu'à cinq jours.

## 7.2 Échantillonnage et préparation des éprouvettes

### 7.2.1 Échantillonnage

L'échantillonnage doit être effectué en utilisant l'une des méthodes spécifiées dans l'ISO 1130. Les échantillons doivent être représentatifs d'un lot.

### 7.2.2 Préparation des éprouvettes

Pour chacun des lots d'échantillons prélevés en 7.2.1, peser des éprouvettes d'environ 3 g chacune au moyen d'une balance électronique (6.11). Couper chaque éprouvette en petites unités de dimension maximale inférieure à 5 mm. Faire sécher les éprouvettes à  $(105 \pm 3)$  °C dans une étuve ventilée (6.14) jusqu'à masse constante. Transférer rapidement les éprouvettes dans un dessiccateur (6.16) et laisser refroidir jusqu'à atteindre la température ambiante. Peser les éprouvettes refroidies à 0,000 1 g près au moyen d'une balance (6.12) et noter « $G_0$ » leur masse.

NOTE Une masse est considérée comme constante lorsque les masses mesurées à des intervalles d'une heure ne varient pas de plus de 0,02 %.



## 7.3 Détermination de la teneur en graisse et en cire

### 7.3.1 Extraction à l'acétone

**7.3.1.1** Choisir trois éprouvettes (7.2.2) et consigner la masse sèche d'origine de chacune d'entre elles ( $G_0$ ). Placer chaque éprouvette dans une cartouche en papier-filtre (6.2) et les disposer dans la chambre principale de l'extracteur Soxhlet (6.1). Raccorder le réfrigérant (6.3) à la chambre principale et les placer sur un ballon à fond rond de 250 ml (6.4) contenant 100 ml d'acétone (5.6). Chauffer l'acétone à reflux au moyen d'un bain d'huile (6.13) ou d'un bain-marie (6.18) réglé à une température permettant que la chambre principale soit remplie d'acétone quatre à six fois par heure. Laisser le cycle d'extraction se répéter pendant 8 h et laisser refroidir l'ensemble après siphonnage du solvant dans le ballon. Retirer la cartouche contenant le solide restant et laisser ce dernier sécher à l'air libre sous une hotte aspirante.

**7.3.1.2** Faire sécher les éprouvettes restantes dans une étuve ventilée (6.14) à  $(105 \pm 3)$  °C jusqu'à masse constante. Transférer rapidement les éprouvettes dans un dessiccateur (6.16) et les laisser refroidir jusqu'à atteindre la température ambiante. Peser les éprouvettes refroidies à 0,000 1 g près et noter « $G_1$ » leur masse.

### 7.3.2 Calculs

Calculer le pourcentage de teneur en graisse et en cire ( $W_1$ ) en utilisant la Formule (1) et arrondir le résultat obtenu à un chiffre significatif.

$$w_1 = \frac{G_0 - G_1}{G_0} \times 100 \% \quad (1)$$

où

$w_1$  est la teneur en graisse et en cire, en pourcentage (%);

$G_0$  est la masse sèche d'éprouvette non traitée, en grammes (g);

$G_1$  est la masse sèche d'éprouvette après extraction à l'acétone, en grammes (g).

Calculer la moyenne des résultats obtenus pour les trois éprouvettes et arrondir à deux chiffres significatifs. Il convient que l'écart-type relatif des trois mesures ne dépasse pas 5 %. Si ce n'est pas le cas, une éprouvette supplémentaire doit être mesurée; la valeur consignée doit être la moyenne des trois mesures après exclusion de la valeur extrême.

## 7.4 Détermination de la teneur en pectine

### 7.4.1 Établissement de la courbe d'étalonnage de l'acide galacturonique

**7.4.1.1** Verser 0 ml, 2 ml, 4 ml, 6 ml, 8 ml, et 10 ml de solution étalon d'acide galacturonique (7.1.5) dans six fioles jaugées de 100 ml (6.8). Diluer jusqu'au repère en ajoutant de l'eau (5.5) afin d'obtenir des solutions étalons à des concentrations de 0 mg/l, 20 mg/l, 40 mg/l, 60 mg/l, 80 mg/l, et 100 mg/l.

**7.4.1.2** 1 ml de chacune des solutions étalons a été transvasé dans un tube colorimétrique de 25 ml (6.10) et 8 ml d'acide sulfurique (5.2) ont ensuite été ajoutés. Les tubes ont été chauffés pendant 15 min dans un bain d'huile (6.13) ou un bain-marie (6.18) réglé à 75 °C et, après refroidissement des tubes jusqu'à atteindre la température ambiante, 0,2 ml de solution de carbazole (7.1.6) a été ajouté dans chacun d'eux. Les tubes ont été agités afin de bien mélanger leur contenu et ont été conservés dans l'obscurité et à température ambiante pendant 30 min afin de permettre la réaction chromogène. L'absorbance de ces solutions à 540 nm a été mesurée à l'aide du spectrophotomètre (6.9) et une droite

de l'absorbance en fonction des concentrations en acide galacturonique a été tracée. Elle correspond à la courbe d'étalonnage.

#### 7.4.2 Extraction de la pectine par la solution aqueuse d'oxalate d'ammonium

Choisir trois éprouvettes (7.2.2) et consigner la masse sèche d'origine de chacune d'entre elles ( $G_0$ ). Retirer la graisse et la cire par extraction à l'acétone (7.3.1). Placer chaque éprouvette dégraissée dans un ballon à fond rond de 250 ml (6.4) rempli de 100 ml de solution aqueuse d'oxalate d'ammonium à 10 g/l (7.1.1). Raccorder le réfrigérant (6.3) au ballon et faire chauffer le tout à ébullition et à reflux pendant 3 h au moyen d'un bain d'huile (6.13) réglé à 110 °C. Transvaser la solution d'extraction dans un bécher de 500 ml (6.17) en la faisant passer au préalable à travers un papier-filtre (6.2). Le solide restant a de nouveau été soumis à une extraction par 100 ml de solution aqueuse d'oxalate d'ammonium à 5 g/l (7.1.1) chauffée à reflux pendant 2 h. Cette deuxième solution d'extraction a été filtrée au moyen du même papier-filtre (6.2) et mélangée à la première solution d'extraction placée dans le bécher (6.17). Les restes ont été lavés trois fois avec 10 ml de solution aqueuse d'oxalate d'ammonium (7.1.1) et les solutions de lavage ont été ajoutées aux solutions d'extraction présentes dans le bécher (6.17).

#### 7.4.3 Précipitation de la pectine

Placer le bécher rempli des solutions d'extraction de pectine (7.4.2) sur une plaque chauffante (6.15). Régler la température de sorte que la solution soit chauffée à une température juste inférieure à la température d'ébullition. Patienter jusqu'à ce que la solution se concentre en atteignant un volume d'environ 70 ml et laisser refroidir jusqu'à température ambiante. Transvaser l'extrait de pectine concentré dans une fiole jaugée de 100 ml (6.8). Rincer trois fois le bécher avec 5 ml d'eau (5.5), ajouter les solutions de rinçage à l'extrait de pectine concentré contenu dans la fiole jaugée (6.8) et diluer jusqu'au repère. Transvaser 25 ml de cette solution dans un bécher en verre de 500 ml (6.17) et ajouter doucement 90 ml de solution éthanolique d'acide chlorhydrique (7.1.4) tout en agitant. Laisser reposer pendant 12 h pour permettre la précipitation complète de la pectine. Isoler la pectine précipitée à l'aide du papier-filtre (6.2) et laver trois fois avec 30 ml de solution éthanolique d'acide chlorhydrique (7.1.4).

#### 7.4.4 Préparation de la solution pour essai de pectine

Placer la pectine précipitée ainsi que le papier-filtre (7.4.3) dans un bécher en verre de 100 ml (6.17). Ajouter 75 ml de solution aqueuse chaude d'hydroxyde d'ammonium, obtenue en mélangeant 73 ml d'eau bouillante (5.5) et 1,5 ml d'hydroxyde d'ammonium (5.8). Placer le bécher sur une plaque chauffante (6.15) et faire bouillir pendant 5 min. Filtrer la solution dans un bécher de 500 ml (6.17). Faire bouillir le papier-filtre d'origine dans 25 ml d'eau (5.5) pendant 5 min et mélanger le filtrat de lavage et le filtrat d'origine dans le bécher (6.17). Répéter deux fois de plus le lavage et mélanger tous les filtrats. Laisser le filtrat refroidir jusqu'à la température ambiante, le transférer dans une fiole jaugée de 250 ml (6.8) et diluer en ajoutant de l'eau (5.5) jusqu'au repère.

#### 7.4.5 Essai spectrophotométrique

Les essais spectrophotométriques des solutions de pectine ont été effectués en utilisant la méthode de développement de la coloration décrite en 7.4.1 pour la courbe d'étalonnage de l'acide galacturonique. L'absorbance de ces trois solutions pour essai a été consignée et convertie en concentration d'acide galacturonique à l'aide de la courbe d'étalonnage (7.4.1).

#### 7.4.6 Calculs

Calculer le pourcentage de teneur en pectine ( $W_2$ ) en utilisant la Formule (2) et arrondir le résultat obtenu à un chiffre significatif.

$$w_2 = \frac{C_2 \times V_2 \times 4}{G_0 \times 10^3} \times 100 \% \quad (2)$$

où