

Le dosage indirect de l'eau dans les produits sucrés : tels que le miel, la confiture, le glucose industriel, les extraits concentrés de fruits et la purée de tomate

Autor(en): **Terrier, J.**

Objektyp: **Article**

Zeitschrift: **Mitteilungen aus dem Gebiete der Lebensmitteluntersuchung und Hygiene = Travaux de chimie alimentaire et d'hygiène**

Band (Jahr): **44 (1953)**

Heft 3

PDF erstellt am: **09.08.2024**

Persistenter Link: <https://doi.org/10.5169/seals-982855>

Nutzungsbedingungen

Die ETH-Bibliothek ist Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften. Sie besitzt keine Urheberrechte an den Inhalten der Zeitschriften. Die Rechte liegen in der Regel bei den Herausgebern.

Die auf der Plattform e-periodica veröffentlichten Dokumente stehen für nicht-kommerzielle Zwecke in Lehre und Forschung sowie für die private Nutzung frei zur Verfügung. Einzelne Dateien oder Ausdrucke aus diesem Angebot können zusammen mit diesen Nutzungsbedingungen und den korrekten Herkunftsbezeichnungen weitergegeben werden.

Das Veröffentlichen von Bildern in Print- und Online-Publikationen ist nur mit vorheriger Genehmigung der Rechteinhaber erlaubt. Die systematische Speicherung von Teilen des elektronischen Angebots auf anderen Servern bedarf ebenfalls des schriftlichen Einverständnisses der Rechteinhaber.

Haftungsausschluss

Alle Angaben erfolgen ohne Gewähr für Vollständigkeit oder Richtigkeit. Es wird keine Haftung übernommen für Schäden durch die Verwendung von Informationen aus diesem Online-Angebot oder durch das Fehlen von Informationen. Dies gilt auch für Inhalte Dritter, die über dieses Angebot zugänglich sind.

- 13) «Manuel suisse des denrées alimentaires», 4e éd., 379—389 (1939).
- 14) *I. Mellan*: «Industrial Solvents». Reinhold Publishing Corp., à New York, 295—6 (1939).
- 15) *M. Mottier, M. Potterat*: Ces Trav. **43**, 118 (1952).
- 16) «Official and Tentative Methods of Analysis of the Association of Official Agricultural Chemists», 6e éd., Washington, 272 (1945).
- 17) *M. Potterat, M. Mottier*: Ces Trav. **44**, 192 (1953).
- 18) *P. Ruggli, H. Benz*: Ces Trav. **25**, 345 (1934).
- 19) *P. Ruggli, P. Jensen*: Helv. **19**, 66 (1936).
- 20) *G. Séris*: Ann. Fals. Fraudes **45**, 110 (en particulier 112, note 3) (1952).
- 21) «Schweizerisches Lebensmittelbuch», 2. Auflage, 124 (1909).
- 22) «Schweizerisches Lebensmittelbuch», 2. Auflage, 214 (1909).
- 23) «Schweizerisches Lebensmittelbuch», 3. Auflage, 149 (1917).
- 24) «Schweizerisches Lebensmittelbuch», 3. Auflage, 282 (1917).
- 25) *E. Spaeth*: Z.U.N.G. **2**, 633 (1899).

Le dosage indirect de l'eau dans les produits sucrés

**tels que le miel, la confiture, le glucose industriel,
les extraits concentrés de fruits et la purée de tomate**

Par *J. Terrier*

(Laboratoire cantonal, Genève)

Le dosage indirect de l'eau dans le miel, par exemple, n'est pas aussi simple qu'on peut le penser à la lecture des méthodes figurant soit dans le Manuel suisse des denrées alimentaires (4e édition), soit dans le «Handbuch der Lebensmittelchemie» de *Bömer, Juckenack et Tillmans*, vol. V (Springer, Berlin, 1938).

Qu'on chauffe à 103—105° (méthode du manuel), ou qu'on chauffe à 65—70° avec le concours d'une basse pression (méthode du «Handbuch»), on n'arrive pas au poids constant. Dans le premier cas il se produit une caramélisation qui affecte spécialement le lévulose, ainsi qu'on le lira plus loin et dont il résulte une perte constante de poids; dans le second cas, il est difficile d'obtenir l'entraînement des dernières traces d'eau.

Il existe d'innombrables travaux sur le dosage de l'eau, dont la liste serait trop longue à citer. Trois mémoires, parus récemment, l'un dans «Chimie analytique», 33, 159 (1951), sur la mesure de l'humidité, le second dans les «Annales des falsifications et des fraudes», 44, 122 (1951) sur la détermination du résidu sec dans les substances alimentaires et le troisième dans les «Pharmaceutica acta helvetiae», 27, 121 (1952), intitulé: *Der Wassergehalt im Trockenplasma und dessen Bestimmung*, résumant très bien l'état actuel de la question.

Je propose ci-dessous un procédé de dosage indirect permettant d'arriver au poids constant et sans risque de décomposer les sucres.

Principe

Le principe de celui-ci est de profiter de la solubilité relative des sucres dans l'alcool d'une part, d'autre part de profiter de la propriété de l'alcool absolu de former avec l'eau un mélange azéotropique, l'azéotrope eau-éthanol dont la concentration pondérale d'eau en % est de 4,4 et dont le point d'ébullition ne diffère de celui de l'alcool absolu que de 0.°15 (point d'ébullition de l'alcool absolu: 78.°3, point d'ébullition de l'azéotrope eau-éthanol: 78.°15). L'azéotrope eau-éthanol n'est pas distillé, mais simplement évaporé à une température inférieure au point d'ébullition, pour éviter toute décomposition du lévulose.

Voici en effet les constatations expérimentales que j'ai faites:

1. Chauffés à 100°, à l'état de poudre fine et mélangés avec un acide organique également sous forme de poudre fine (j'ai choisi à dessein l'acide d-tartrique qui ne contient pas d'eau de cristallisation), le saccharose, comme le glucose, après le départ des traces d'humidité, conservent un poids constant.
2. Tel n'est plus le cas avec le lévulose. Dans les mêmes conditions, le mélange fond, brunit de plus en plus, en même temps que se produit une diminution sensible de poids.

En chauffant, par exemple, pendant 1 heure à 100—103°, 0,4 g de lévulose mélangés avec 0,04 g d'acide d-tartrique, desséchés au préalable par chauffage à 75°, on constate une perte de poids d'environ 0,01 g. Après une nouvelle heure de chauffage, la perte est de 6 mg et ainsi de suite. A la température de 85° le mélange fond aussi et brunit légèrement; avec le même mélange, j'ai observé, après 1 heure de chauffage, une perte de 0,005 g et après une nouvelle heure une perte de 0,003 g. A 80° par contre, le mélange ne fond pas et on peut le chauffer à cette température sans qu'il s'ensuive une décomposition.

Il en résulte que si l'on veut doser indirectement l'eau dans un produit acide et contenant du lévulose, en utilisant son entraînement sous forme de l'azéotrope eau-éthanol, la température d'évaporation doit être inférieure à 80°.

Cependant, cette condition n'est pas suffisante.

L'idée d'évaporer l'eau sous forme de l'azéotrope eau-éthanol a déjà été utilisée par 2 auteurs: *W. Anderson* et *H. Apenitis* pour le dosage de l'eau dans le glucose. Ces deux auteurs ont publié une méthode parue dans la «Revue internationale de la chocolaterie» (No I, janvier 1950, p. 15), sous le titre: «Détermination of moisture content of hard candy» qui consiste à dissoudre le produit dans un peu d'eau, puis après addition d'un certain volume d'alcool absolu, à évaporer le liquide et à sécher le résidu à 100°.

J'ignorais complètement l'existence de cette méthode lorsque j'ai entrepris mes premiers essais.

Recherchant un procédé de dosage indirect de l'eau dans le miel, applicable également à la confiture, j'avais composé le mélange suivant:

0,01 g albumine	0,1 g saccharose
0,01 g pectine	0,2 g glucose
0,025 g acide d-tartrique	0,4 g lévulose
0,03 g dextrine	

C'est une sorte de mélange hybride qui participe à la fois de la composition du miel et de celle de la confiture.

Or, en partant de ce mélange, pesé après un séchage préliminaire à la température de 75°, puis en ajoutant 0,8 cm³ d'eau pour dissoudre les constituants et finalement 40 cm³ d'alcool absolu (cette quantité est approximativement double de celle nécessaire pour obtenir l'azéotrope), j'ai retrouvé, après évaporation et séchage de 1 heure dans une étuve à 75°, un poids résiduaire dépassant le poids original de 0,05 g. Autrement dit, en chiffres ronds, le résidu sec contient encore 6 % de l'eau ajoutée.

Il s'ensuit que ce mode d'opérer est impropre à un dosage précis.

C'est alors que j'ai cherché, pour obtenir une évaporation plus quantitative, à introduire un support physique et qu'à cet effet, soit le sable, soit la poudre de diatomées (kieselgur) ont été successivement employés, sans que fut obtenu le résultat désiré; j'ai trouvé finalement, à la suite de la suggestion d'un collègue, M. Desbaumes, dans l'emploi d'une silice colloïdale spéciale, appelée «aérosil» (on peut se procurer en Suisse ce produit — préparé en Allemagne — à l'adresse suivante: Klotz, Postfach, Zürich 24), la matière qui m'a permis d'arriver au but.

Ce produit a la propriété, dans la proportion d'environ 8 à 10 g pour 100 cm³ d'alcool, de former un gel solide qui se dessèche en donnant une masse très friable et très apte à favoriser l'évaporation.

Mode opératoire

a) Matériel nécessaire

1. creuset pèse-filtre d'environ 8 cm de diamètre et de 3.5 cm de hauteur, avec bouchon soigneusement rodé et dont le poids total doit être inférieur à 100 g.
2. étuve dont la température intérieure puisse être réglée à 75°.
3. dispositif permettant d'effectuer l'évaporation à une température comprise entre 65 et 75°.

J'ai effectué tout simplement celle-ci en plaçant le creuset pèse-filtre sur le dessus d'une étuve électrique chauffée à 103—105°, qui est presque toujours en service dans un laboratoire.

b) Opérations

1. Dans un creuset pèse-filtre de dimensions suffisantes, introduire un poids très voisin de 4 g du produit «aérosil» (tasser la substance en frappant le creuset sur une table de bois) et placer 2 heures dans une étuve à 103—105°, puis remettre le bouchon, laisser refroidir 1 heure dans un dessiccateur et peser.

2. Tarer exactement un creuset pèse-filtre de la dimension indiquée sous lettre a), puis, en procédant à cette opération à l'aide d'une balance ordinaire,

introduire un poids voisin de 1 g de substance, remettre rapidement le bouchon et repeser exactement sur une balance de précision. Tarer de même indépendamment une baguette de verre de longueur dépassant de quelques cm le diamètre du creuset pèse-filtre. Introduire 0,8 cm³ d'eau chaude et remuer avec la baguette jusqu'à dissolution complète de la substance.

Ajouter 40 cm³ d'alcool absolu et, avec précaution, bien mélanger. Les sucres restent en solution; l'albumine, la pectine, la dextrine forment un précipité qui ne gêne pas. Verser alors la quantité d'aérosil desséchée au préalable et déterminer son poids exact en pesant le creuset vide. Finalement, toujours avec précaution, remuer à l'aide de la baguette jusqu'à ce que le gel obtenu soit bien homogène et qu'il ne reste plus de particules de silice colloïdale non mouillées par l'alcool, puis placer, le creuset pèse-filtre sur le dispositif d'évaporation choisi. Il faut compter 4 à 5 heures jusqu'à ce que la solution alcoolique soit entièrement évaporée et qu'on ne sente plus l'odeur d'alcool. Le mieux est de laisser cette évaporation s'opérer pendant la nuit.

La masse se présente alors sous forme de grumeaux très friables. A l'aide d'une fine spatule de nickel et d'un petit pinceau, détacher aussi bien que possible la matière qui adhère à la baguette, en la faisant tomber dans le creuset pèse-filtre; faire tomber de même la substance qui peut se trouver collée contre la partie rodée, puis mettre le creuset pèse-filtre, encore pendant 1 heure, dans l'étuve dont la température est réglée à 75°. Adapter ensuite hermétiquement le bouchon rodé, laisser refroidir 1 heure dans le dessiccateur avant de peser.

Quant à la baguette de verre, la peser aussitôt après qu'elle a été débarrassée de la substance qui adhérait.

Remarque: Même à la longue dans le dessiccateur, la masse reprend un peu d'humidité, c'est pour cela qu'il faut que le bouchon rodé soit adapté parfaitement.

Le poids obtenu après le chauffage à l'étuve est pratiquement constant.

La différence entre le poids obtenu après chauffage à l'étuve, augmenté du poids très minime de la substance adhérent à la baguette et le poids initial, augmenté de celui de l'aérosil, correspond au poids de l'eau contenu dans la substance.

c) Résultats et précision

En effectuant plusieurs essais expérimentaux, exécutés avec des mélanges tels que celui dont la composition a été donnée plus haut, additionnés de 0,8 cm³ d'eau (représentant une teneur d'eau théorique de 50,8 %), j'ai retrouvé comme pourcentage moyen 50,54 %, soit une différence en moins de 0,26 %.

Avec le même mélange sucré additionné de 1 cm³ d'eau (représentant un % d'eau théorique de 56,34 %), j'ai retrouvé 56,04 %, soit une différence en moins de 0,3 %.

En supprimant dans ces mélanges sucrés soit l'albumine, soit la pectine, les résultats obtenus ont donné des chiffres très voisins.

Si l'on rapporte la différence moyenne obtenue ci-dessus à du miel, dont la teneur en eau serait de 18 %, par exemple, elle représenterait dans ce cas une valeur en moins de 0,5 %.

Remarques

1. Il est possible d'augmenter encore la précision de la méthode en faisant un essai à blanc, effectué comme ci-dessus, dans lequel on évaporera directement 40 cm³ d'alcool ordinaire dans le creuset pèse-filtre en présence d'une quantité très voisine de 4 g d'aérosil (desséchés au préalable et pesés exactement), essai qui permettra de doser pondéralement les traces d'alcool restant adsorbé par l'aérosil dans les conditions de l'expérience et dont il sera tenu compte lors du calcul de la teneur en eau.

2. Etant donné sa légèreté, l'aérosil demande certaines précautions pour sa manipulation. Il faut, par exemple, soulever très délicatement le bouchon du creuset pèse-filtre, dans lequel l'aérosil a été chauffé à 103—105° et pesé après refroidissement, au moment de le verser dans la solution alcoolique, sinon des particules s'envolent facilement. De même, pour effectuer cette dernière opération, il faut agir avec précaution; avant de reposer le creuset pèse-filtre vide, il faut faire tomber les particules d'aérosil qui adhèrent contre ses bords au moyen d'un petit pinceau. Avec un peu d'habitude, ces opérations s'effectuent sans difficulté et sans perte de produit.

3. Etant donné le poids minime de la prise (1 g), il va de soi que la méthode ne peut s'appliquer qu'à un produit bien homogène.

4. J'ai essayé de doser, selon le même procédé, l'eau dans un extrait de levure. Par l'addition d'alcool, il se forme un précipité de la consistance de la cire; l'homogénéisation du gel est rendue plus difficile et le résultat est moins bon.

A titre de contrôle, j'ai préparé le mélange suivant:

0,05 g albumine	0,25 g glycocolle
0,15 g chlorure de sodium	0,05 g Na ₃ PO ₄

auquel j'ai ajouté 0,7 cm³ d'eau pour la dissolution, soit une teneur d'eau théorique de 58,34 %.

J'ai retrouvé, en exécutant le dosage comme ci-dessus 56,46 %, ce qui démontre que la méthode ne convient pas dans le cas d'un produit non sucré.

Par contre, étant donné la solubilité du savon dans l'alcool, la méthode convient au dosage de l'eau dans celui-ci, à condition que la prise représente bien un échantillon moyen. Voici le processus à suivre dans ce cas.

Dosage de l'eau dans le savon

Préparer rapidement avec le savon, pour éviter une perte d'eau, une certaine quantité de copeaux aussi fins que possible et en peser 1 g dans le creuset pèse-filtre en opérant comme-ci-dessus. Verser directement 40 cm³ d'alcool ordinaire et chauffer sur une plaque chauffante, de telle façon que la température de l'al-

cool se maintienne vers 70°, c'est-à-dire à quelques degrés au-dessous du point d'ébullition (il est assez facile d'obtenir ce résultat en intercalant entre la plaque chauffante et le creuset une certaine épaisseur de carton d'amiante). Remuer avec la baguette jusqu'à dissolution complète. Ajouter à ce moment 15 cm³ d'alcool absolu, mélanger, introduire pendant que la solution est encore chaude 4 g d'aérosil séchés et pesés comme ci-dessus et continuer de même (éventuellement rajouter quelques cm³ d'alcool ordinaire s'il reste des particules d'aérosil non mouillées par la solution).

Résumé

On propose une méthode de dosage indirect de l'eau spécialement destinée à ce dosage dans les produits sucrés tels que le miel, la confiture, le glucose industriel et les extraits concentrés de jus de fruits. Elle est basée sur la solubilité relative des sucres dans l'alcool d'une part, la formation du mélange azéotrope eau-éthanol et l'évaporation de l'eau sous cette forme d'autre part, ainsi que sur l'emploi d'une silice colloïdale spéciale formant dans les conditions indiquées un gel se desséchant facilement et éminemment apte à favoriser l'évaporation.

Pour des produits sucrés tels que le miel et la confiture, dont la teneur en H₂O est comprise entre 15 et 50 %, l'écart observé avec la valeur théorique par des analyses de contrôle, est compris entre 0,3 et 0,5 % et peut-être encore réduit si l'on introduit dans le calcul la valeur d'un essai à blanc.

Etant donné la solubilité du savon dans l'alcool, la méthode peut également être utilisée pour le dosage de l'eau dans ce produit.

Zusammenfassung

Es wird eine indirekte Bestimmungsmethode für Wasser in zuckerhaltigen Produkten, wie Honig, Konfitüren, technischer Glykose und Fruchtsaftkonzentraten, vorgeschlagen. Sie beruht einerseits auf der relativen Löslichkeit der Zuckerarten in Alkohol und andererseits auf der Bildung azeotroper Gemische zwischen Wasser und Alkohol und der Verdampfung des Wassers in dieser Form, sowie auf der Verwendung eines speziellen kolloidalen Kieselgurs, welches unter den gegebenen Bedingungen ein leicht trocknendes Gel bildet, das die Verdampfung ausserordentlich begünstigt.

Für zuckerhaltige Produkte, wie Honig und Konfitüre, deren Wassergehalt zwischen 15 und 50 % liegt, sind mit Hilfe von Kontrollanalysen gegenüber dem theoretischen Werte Abweichungen von 0,3—0,5 % festgestellt worden, welche bei Berücksichtigung eines Blindwertes noch verringert werden könnten.

Die gleiche Bestimmungsmethode kann auch auf Seifenprodukte angewendet werden, im Hinblick auf deren Löslichkeit in Alkohol.

Summary

A method for the indirect determination of the water content of sugar-containing products such as honey, jam, glucose and fruit juice concentrates, is described. This method is based on the combined use of alcohol, to give an azeotropic mixture with the water of the sample, and of a special colloidal SiO₂, which dries easily. Satisfactory results have been obtained for honey and jams containing from 15 to 50 % water, the accuracy being equal to 0,3—0,5 %, and also for soap.