NORME FRANÇAISE
HOMOLOGUÉE

PRODUITS DE L'AGRICULTURE

PRODUITS DÉRIVÉS DES FRUITS ET LÉGUMES

Dosage de l'acide benzoïque

NF
V 05-114
Juillet 1972

Editée par l'ASSOCIATION FRANÇAISE DE NORMALISATION (AFNOR), Tour EUROPE CEDEX 7 92080 PARIS-LA DÉFENSE Tél. : (1) 788-11-11

AVANT-PROPOS

La méthode de dosage de l'acide benzoïque dans les produits dérivés des fruits et légumes adoptée par l'Association of official analytical chemists (AOAC) *est basée sur la technique de l' « émergence du pic » décrite par* STANLEY en 1959. *Cette méthode a l'avantage d'être spécifique de l'acide benzoïque à une exception près : l'acide parachlorobenzoïque.*

Il a été toutefois nécessaire d'apporter une modification qui consiste à purifier l'extrait éthéré par oxydation sulfochromique. On élimine ainsi l'action des matières colorantes de certains produits végétaux contenant des anthocyanes et d'autre part, tous les acides oxybenzoïques et l'acide sorbique qui peuvent être présents si on a utilisé plusieurs antiseptiques. La purification par ailleurs augmente la sensibilité de la méthode.

La technique ainsi améliorée au point de vue résultats est également plus rapide.

Comme l'à déja signalé STANLEY, *l'emploi du chloroforme ne convient pas pour le dosage de l'acide benzoïque. Des essais récents ont permis de faire ressortir la différence existant entre le cœfficient de partage chloroforme-eau égal à* 5 *et le cœfficient de partage éther-eau égal à* 33, *ce qui nécessiterait, en utilisant le chloroforme, un plus grand nombre de lavages et une dilution des solutions d'épreuves.*

1. OBJET

La présente norme a pour objet de décrire une méthode de dosage de l'acide benzoïque dans les produits dérivés des fruits et légumes.

2. DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode s'applique aux produits sous forme liquide (jus, produits pulpeux, fluides, sirops), épais (marmelade, confiture) ; solides (fruits, légumes).

Les acides chlorobenzoïques résistant à l'oxydation, la méthode est inapplicable en présence d'acide parachlorobenzoïque, le spectre d'absorption de cet acide étant voisin de celui de l'acide benzoïque. Elle est également inapplicable en présence d'acide cinnamique transformé en acide benzoïque par oxydation sulfo-chromique.

NOTE :

L'acide cinnamique compté comme acide benzoïque dans cette méthode, existe à l'état de traces dans les végétaux. Il ne peut donc avoir d'influence sur les résultats obtenus, à l'exception de l'écorce de cannelle qui en contient des quantités plus importantes.

Homologuée
par arrêté du 23-6-72
J. O. du 30-6-72

 Reproduction interdite

Products derived from fruits and vegetables. Determination of benzoic acid content.

Obst-und Gemüseprodukte - Bestimmung des Gehaltes an Benzoesäure.

3. PRINCIPE

Après homogénéisation, dilution éventuelle et acidification de la prise d'essai, extraction de l'acide benzoïque par l'oxyde diéthylique, puis réextraction par voie alcaline de cet acide et purification par oxydation ménagée par le dichromate de potassium en milieu acide. Dosage par spectrophotométrie, de l'acide benzoïque purifié dissous dans l'oxyde diéthylique.

NOTE :
L'examen du spectre d'absorption de la solution éthérée d'acide benzoïque purifié permet de caractériser ce produit par la présence de deux pics à 272 et à 279 nm,

L'acide benzoïque extrait par l'oxyde diéthylique est dosé par mesure de la hauteur relative du pic à 272 nm par rapport à la droite qui joint les points d'abscisse entre 267,5 et 276,5 nm.

4. RÉACTIFS

Tous les réactifs doivent être de pureté analytique reconnue. De l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente doit être utilisée.

4.1 Acide tartrique cristallisé.

4.2 Hydroxyde de sodium, solution *N*.

4.3 Dichromate de potassium, solution aqueuse à 33-34 g par litre.

4.4 Acide sulfurique, solution aqueuse d'acide sulfurique obtenue en diluant deux volumes d'acide sulfurique concentré (ρ_{20} = 1,84 g/ml) avec un volume d'eau.

4.5 Oxyde diéthylique, récemment redistillé.

4.6 Solution étalon à 100 mg/l d'acide benzoïque dans l'oxyde diéthylique.

5. APPAREILLAGE

5.1 Matériel courant de laboratoire, et notamment :

fiole jaugée, 50, **NF B 35**-307 ;

béchers 50, 100, **NF B 35**-001 ;

pipette 20, **NF B 35**-305 ;

pipettes graduées, **NF B 35**-306 ;

flacons de 250 ml à bouchons de verre rodé ;

ampoules à décanter de 500 ml ;

bain-marie ;

balance analytique.

5.2 Homogénéisateur.

5.3 Spectrophotomètre pour ultra-violet, muni d'un monochromateur pouvant mesurer à 0,5 nm près, avec cuves en silice de 10 ou 20 mm d'épaisseur, (de 20 mm de préférence pour augmenter la sensibilité) munies de couvercles rôdés.

6. MODE OPÉRATOIRE

6.1 Préparation de l'échantillon

6.1.1 *Produits liquides*

Rendre l'échantillon bien homogène.