



African Food Tradition rEvisited by Research  
FP7 n°245025

Start date of project: **01/09/2010**  
Duration: **45 months**

**Deliverable number: Deliverable 1.2.3.10**

**Title of deliverable: SOPs for chemical analysis for Group 3**

Deliverable type (Report, Prototype, Demonstration, Other): Report

Dissemination level (PU, PP, RE, CO)\*: PU

Contractual date of delivery: February 2011

Actual date of delivery: October 2011

Work-package contributing to the deliverable: WP1

Organisation name of lead contractor for this deliverable: CIRAD

Authors: are indicated on the appropriate SOPs.

**This document has been send to:**

The coordinator by WP Leader	Date: September 2011
To the Commission by the Coordinator	Date: October 2011

\* PU: Public; PP: Restricted to other programme participants (including the Commission Services); RE: Restricted to a group specified by the consortium (including the Commission Services); CO: Confidential, only for members of the consortium (including the Commission Services)

## Methodology for the development of SOPs for this deliverable.

This deliverable consists of several SOPs. SOPs related to the chemical analysis for one Group of product.

The SOP's come from four sources:

1. The literature by searching the analysis method for similar components we want to determine in the African fermented and functional products. In this case several articles are combined according to their precisions.
2. Standards from the international Organization Standardization (ISO) or AACC the International Approved methods. In this case, the method is used like that or after minor modifications. And the modifications are then precised in the document, with the ISO or AACC joined in the annex. To be in agreement with intellectual property rules the project coordination purchased and distributed to partners all the standards referenced in SOP
3. The SOP's can come from the laboratory that developed the methods for the specific analysis.
4. Case of the kit enzymatic method developed by the vendors of the kit materials.

After writing, the SOP's are approved by the Work Package Leader (WPL) related to the group of product concerned (Group 1: WP2; Group 2: WP3; Group 3: WP4).

The WPL is in charge to send the SOP's to the concerned partners for validation. Each partner, according to his laboratory facilities, validates the method and informs one of the following alternatives in his laboratory:

- R - The laboratory makes the analysis in routine (= R codification in the table joined)
- P - The laboratory is able to make this analysis (= possible P)
- B - The laboratory can make the analysis after buying equipment (= B)
- I - The laboratory can't make the analysis ( I= impossible or sub-contracting).

The WPL decides the end of the validation step. He accepts the final SOP version. He completes the table with the last revision date.

**CHEMICAL  
ANALYSIS**

*(R=routine; P=possible ; B=After buying equipment ;  
I=impossible or sub-contracting)*

Characteristic type	Character	Bissap	Baobab	Jujube	UCAD	ENSAI	CVG	CIRAD	Méthode	Principe	Source	
<b>Deliverable 1.2.3.10 Chemical analysis</b>												
1	Chemical characteristics	pH	*	*	*	R	R	R	R	NF	La mesure du pH de l'échantillon s'effectue par potentiométrie.	<a href="#">SOPS Groupe 3-pH.doc</a>
2	Chemical characteristics	Titration acidity	*	*	*	R	R	P	R	NF	Titration potentiométrique à l'aide d'une solution d'hydroxyde de sodium.	<a href="#">SOPS Groupe 3-Acidité titrable.doc</a>
3	Chemical characteristics	Moisture	*	*	*	R	R	R	R	NF	Après homogénéisation, chauffage jusqu'à masse constante des produits liquides répartis sur une surface absorbante, ou des produits pâteux mélangés à une poudre inerte, à 70 °C sous pression réduite.	<a href="#">SOPS Groupe 3-Matière sèche.doc</a>
4	Chemical characteristics	Crude ash	*	*	*	R	R	R	R	NF	Les cendres sont déterminées par méthode gravimétrique après avoir calciné l'échantillon à analyser dans un four à moufles à 525 °C ± 25 °C.	<a href="#">SOPS Groupe 3-Cendres.doc</a>

5	Chemical characteristics	Matière insoluble dans l'alcool et pectines	*	*	*	P	P	I	R	CIRAD	En milieu acide et à chaud, les acides uroniques réagissent avec le Tétraborate de sodium et le MHDP (m-hydroxydiphényl), présentant un maximum d'absorption à 520 nm.	<a href="#">SOPS Groupe 3-Mia et pectines.doc</a>
6	Chemical characteristics	Fibers	*	*	*	P	P	I	R	UCAD	Le principe consiste à la minéralisation de l'échantillon par l'acide sulfurique en présence d'un catalyseur sous forme de pastille, alcalinisation des produits de la réaction , distillation et récupération de l'ammoniac libéré dans une solution d'acide borique titrée en retour par une solution d'acide sulfurique.	<a href="#">SOPS GROUPE 3-Fibres.doc</a>
7	Chemical characteristics	Amidon		*	*	P	P	I	R	UCAD	La liqueur sucrée est oxydée à chaud par une solution cupro- alcaline et l'excès de liqueur cuprique est titré par iodométrie. Parallèlement, on titre la liqueur cupro- alcaline (blanc).	<a href="#">SOPS Groupe 3-Amidon.doc</a>

8	Chemical characteristics	Crude fat	*	*	*	P	P	P	R	UCAD	Une extraction en continu par l'éther éthylique à ébullition dissout graduellement la matière grasse de l'échantillon. Une fois l'extraction terminée, l'éther est évaporé et la matière grasse est pesée.	<a href="#">SOPS Groupe 3-Lipides totaux.doc</a>
9	Chemical characteristics	Total sugars	*	*	*	R	P	R	R	UCAD	La liqueur sucrée est oxydée à chaud par une solution cupro-alcaline et l'excès de liqueur cuprique est titré par iodométrie. Parallèlement, on titre la liqueur cupro-alcaline.	<a href="#">SOPS Sucres Totaux.doc</a>
10	Chemical characteristics	Total sugars	*	*	*	P	R	P	P	ENSAI	En milieu acide et à chaud, les glucides complexes s'hydrolysent en oses (pentoses et hexoses), qui subissent une cyclisation pour donner respectivement le furfural et l'hydroxyméthylfurfural. Les composés ainsi formés réagissent avec le phénol pour former un complexe coloré jaune orangé présentant une absorption maximale à 490 nm.	<a href="#">SOPS Groupe 3-Sucres totaux DNS.doc</a>

11	Chemical characteristics	Reducing sugars	*	*	*	R	P	R	R	UCAD	La liqueur sucrée est oxydée à chaud par une solution cupro-alcaline et l'excès de liqueur cuprique est titré par iodométrie. Parallèlement, on titre la liqueur cupro-alcaline.	<a href="#">SOPS Sucres réducteurs.doc</a>
12	Chemical characteristics	Reducing sugars	*	*	*	P	R	P	P	ENSAI	Le principe de cette méthode est la réduction du DNS en milieu alcalin par les sucres et la formation d'un produit rouge brun lorsqu'il est chauffé. L'intensité de la couleur développée à 540 nm est proportionnelle à la concentration en sucre.	<a href="#">SOPS Groupe 3- Sucres réducteurs DNS.doc</a>
13	Chemical characteristics	Azote and total protein	*	*	*	R	P	R	R	UCAD	Minéralisation d'une prise d'essai par l'acide sulfurique en présence d'un catalyseur, alcalinisation des produits de la réaction, distillation de l'ammoniac libéré qui, recueilli dans une solution d'acide borique, est titré par une solution d'acide sulfurique.	<a href="#">SOPS Groupe 3- Azotes et peotéines totales.doc</a>

14	Chemical characteristics	Organic acids and sugars (glucose, sucrose, saccharose)	*	*	*	B	P	R	R	CIRAD	Les sucres solubles et les acides organiques sont extraits à température ambiante dans un milieu aqueux dans des conditions inhibant les enzymes et limitant leur dégradation chimique (pH < 3). Ils sont ensuite séparés par HPLC sur colonne d'exclusion d'ionique	<a href="#">SOP Groupe 3- Acides organiques et sucres.doc</a>
15	Chemical characteristics	Ethanol	*			R	P			UCAD	Séparation de l'éthanol par distillation, puis oxydation en milieu sulfurique par le dichromate de potassium. Dosage du dichromate n'ayant pas réagi, par le sulfate de fer(II) et d'ammonium, en présence d'orthophénantroline ferreuse ou de diphénylaminosulfonate de baryum comme indicateur.	<a href="#">SOPS Groupe 3- Ethanol.doc</a>



**African Food Tradition rEvisited by Research**

**FP7 n°245025**



**Deliverable D.1.2.3.10: SOP for chemical analysis for Group 3**

**Procédure pour la détermination du pH dans les fruits, jus de fruits et extraits de plantes**

**SOP : Chem-ExtPlantes-01-fr**

Date de creation: 07/02/2010

Révision: 2, MADY, 27/10/2011

Ecrit par : Mady CISSE

Pour plus d'information sur ce SOP, contactez :

- Mady CISSE ([madycisse@ucad.sn](mailto:madycisse@ucad.sn)) / WP4 Leader
- ...
- 
- 

**Ce document a été approuvé par :**

Partenaire	Noms des personnes l'ayant approuvé	Date DD/MM/YY
CIRAD		
CVG		
ENSAI	Robert NDJOENKEU	10/10/2010
UCAD	Mady CISSE	10/10/2010



# Détermination du pH dans les fruits, jus de fruits et extraits de plantes

## SOP : Chem-ExtPlantes-01

Date de creation: 27/10/20110

Révision : 2, , 27/10/2011

### Table des matières

<b>1</b>	<b>Domaine et application .....</b>	<b>3</b>
<b>2</b>	<b>Références .....</b>	<b>3</b>
<b>3</b>	<b>Définitions.....</b>	<b>3</b>
<b>4</b>	<b>Principe .....</b>	<b>3</b>
<b>5</b>	<b>Réactifs .....</b>	<b>3</b>
<b>6</b>	<b>Appareillage .....</b>	<b>3</b>
<b>7</b>	<b>Procédure.....</b>	<b>3</b>
<b>8</b>	<b>Expression des résultats .....</b>	<b>4</b>
8.1	Mode de calcul et formules .....	4
8.1.1	<i>Calculs .....</i>	<i>Erreur ! Signet non défini.</i>
8.1.2	<i>Formules.....</i>	<i>Erreur ! Signet non défini.</i>
8.2	Répétabilité.....	4
<b>9</b>	<b>Points critiques et Note sur la procedure.....</b>	<b>4</b>
<b>10</b>	<b>Rapport d'essai .....</b>	<b>5</b>
<b>11</b>	<b>Enregistrement des Révisions.....</b>	<b>5</b>
<b>12</b>	<b>Annexe .....</b>	<b>5</b>

# Détermination du pH dans les fruits, jus de fruits et extraits de plantes

## SOP : Chem-ExtPlantes-01

Date de creation: 27/10/20110

Révision : 2, , 27/10/2011

## 1 DOMAINE ET APPLICATION

Cette norme européenne spécifie une méthode de mesure du pH des jus de fruits et de légumes et de leurs produits dérivés

## 2 REFERENCES

Normes NF V76-122, NF EN 1132, 1994

Fiche d'utilisation du pH mètre

## 3 DEFINITIONS

Valeur de pH : logarithme décimal négatif de la concentration en ions d'hydrogène, en moles par litre de solution.

$$pH = -\log[H_3O^+]$$

## 4 PRINCIPE

La mesure du pH de l'échantillon s'effectue par potentiométrie.

## 5 REACTIFS

Eau distillée

Solution tampon à pH 7 à 20 °C

Solution tampon à pH 4 à 20 °C

## 6 APPAREILLAGE

- pH mètre avec une précision de 0,05 unités pH
- Electrode de verre combinée

## 7 PROCÉDURE

### 7-1- Généralités

# Détermination du pH dans les fruits, jus de fruits et extraits de plantes

## SOP : Chem-ExtPlantes-01

Date de creation: 27/10/20110

Révision : 2, , 27/10/2011

La mesure du pH est effectuée à une température comprise entre 20 et 30 °C avec un pH mètre équipé d'un dispositif de compensation de la température.

Avant chaque mesure ou chaque étape d'étalonnage, rincer soigneusement l'électrode avec de l'eau distillée, puis éliminer les traces d'eau avec du papier filtre.

Il convient d'effectuer l'étalonnage et les mesures en agitant doucement la solution de l'échantillon.

### 7-2- Préparation de l'échantillon

Si l'échantillon contient des quantités notables de gaz carbonique, éliminer autant que possible ce dernier en agitant vigoureusement l'échantillon dans un erlenmeyer fermé (puis en l'ouvrant de temps en temps), ou en utilisant une méthode par ultrasons, jusqu'à ce qu'il ne se produise plus de gaz.

### 7-3- Etalonnage

Effectuer un étalonnage du pH mètre en deux points avec les solutions tampons 7 et 4 en suivant les indications du fabricant de l'instrument (Fiche d'utilisation du pH mètre).

### 7-4- Détermination

Mesure le pH de l'échantillon conformément aux indications du fabricant de l'instrument (Fiche d'utilisation du pH mètre).

## 8 EXPRESSION DES RESULTATS

### 8.1 Mode de calcul et formules

Exprimer le pH avec deux décimales.

### 8.2 Répétabilité

La différence absolue entre deux déterminations réalisées simultanément par le même analyste pour un échantillon en utilisant le même appareillage dans l'intervalle de temps, le plus court ne dépassera pas la valeur de répétabilité dans plus de 5 % des cas. La valeur est :  $r = 0,03$ .

## 9 POINTS CRITIQUES ET NOTE SUR LA PROCEDURE

Bien homogénéiser l'échantillon au cours de la mesure.

# Détermination du pH dans les fruits, jus de fruits et extraits de plantes

## SOP : Chem-ExtPlantes-01

Date de creation: 27/10/20110

Révision : 2, , 27/10/2011

## 10 RAPPORT D'ESSAI

Le rapport d'essai doit comporter les mentions suivantes :

- toutes informations nécessaires à l'identification de l'échantillon (type, origine, et désignation de l'échantillon) ;
- la référence à la présente norme française et européenne ;
- la date et le type de procédure d'échantillonnage ;
- la date de réception ;
- la date d'essai ;
- les résultats des essais, les unités avec lesquelles ils ont été exprimés et les écart-types;
- mention si la répétabilité de la méthode a été vérifiée ;
- toutes observations particulières sur le déroulement de l'essai ;
- toutes opérations non spécifiées dans la méthode ou considérées comme optionnelles susceptibles d'affecter les résultats.

## 11 ENREGISTREMENT DES REVISIONS

Date	Personne responsable	Description de la modification

## 12 ANNEXE

Fiche d'utilisation du pH mètre



**African Food Tradition rEvisited by  
Research**  
**FP7 n°245025**



**Deliverable D.1.2.3.10: SOP for chemical analysis for Group 3**

**Procédure pour la détermination de l'acidité titrable dans les fruits, jus de fruits, végétaux et extraits de plantes**

**SOP : Chem-ExtPlantes-02-fr**

Date de creation: 07/02/2010

Révision: 2, MADY, 27/10/2011

Ecrit par : Mady CISSE

Pour plus d'information sur ce SOP, contactez :

- Mady CISSE ([madycisse@ucad.sn](mailto:madycisse@ucad.sn)) / WP4 Leader
- ...
- 
- 

**Ce document a été approuvé par :**

Partenaires	Noms des personnes l'ayant approuvé	Date DD/MM/YY
CIRAD		
CVG		
ENSAI	Robert NDJOUENKEU	07/02/2010
UCAD	Mady CISSE	07/02/2010

# Détermination de l'acidité titrable dans les fruits, jus de fruits, végétaux et extraits de plantes

SOP : Chem-ExtPlantes-02-fr

Date de creation: 27/10/20110

Révision : 2, , 27/10/2011

## Table des matières

<b>1</b>	<b>Domaine et application .....</b>	<b>3</b>
<b>2</b>	<b>Références .....</b>	<b>3</b>
<b>3</b>	<b>Définitions .....</b>	<b>3</b>
<b>4</b>	<b>Principe .....</b>	<b>3</b>
<b>5</b>	<b>Réactifs .....</b>	<b>3</b>
<b>6</b>	<b>Appareillage .....</b>	<b>3</b>
<b>7</b>	<b>Procédure .....</b>	<b>3</b>
<b>8</b>	<b>Expression des résultats .....</b>	<b>5</b>
<b>8.1</b>	<b>Mode de calcul et formules .....</b>	<b>5</b>
<b>8.1.1</b>	<i>Calculs .....</i>	<i>Erreur ! Signet non défini.</i>
<b>8.1.2</b>	<i>Formules .....</i>	<i>Erreur ! Signet non défini.</i>
<b>8.2</b>	<b>Répétabilité.....</b>	<b>5</b>
<b>9</b>	<b>Points critiques et Note sur la procedure.....</b>	<b>7</b>
<b>10</b>	<b>Rapport d'essai .....</b>	<b>7</b>
<b>11</b>	<b>Enregistrement des Révisions.....</b>	<b>8</b>
<b>12</b>	<b>Annexe .....</b>	<b>8</b>

# Détermination de l'acidité titrable dans les fruits, jus de fruits, végétaux et extraits de plantes

SOP : Chem-ExtPlantes-02-fr

Date de creation: 27/10/20110

Révision : 2, , 27/10/2011

## 1 DOMAINE ET APPLICATION

La présente norme a pour objet de décrire une méthode de détermination de l'acidité titrable des jus de fruits et de légumes et de leurs produits dérivés.

## 2 REFERENCES

NF V 05-101 janvier 1974.

Norme Européenne EN 12147 Décembre 1996

Fiche d'utilisation du titrimètre

## 3 DEFINITIONS

L'acidité titrable est le teneur en acides organiques et minéraux déterminée par titrage conformément à la présente norme.

## 4 PRINCIPE

Titration potentiométrique à l'aide d'une solution d'hydroxyde de sodium.

## 5 REACTIFS

Hydroxyde de sodium ; solution titrée 0,1 N

Solutions tampons, de pH connu

Acide chlorhydrique titré à 0.1N

## 6 APPAREILLAGE

- Titrateur potentiomètre
- Agitateur magnétique chauffant
- Barreau aimanté
- Balance analytique
- Bêcher de 250 mL
- Burette
- Firole jaugée de 50 mL
- Firole conique de 250 mL

# Détermination de l'acidité titrable dans les fruits, jus de fruits, végétaux et extraits de plantes

SOP : Chem-ExtPlantes-02-fr

Date de creation: 27/10/20110

Révision : 2, , 27/10/2011

- Pipette
- Réfrigérants
- Solution tampon 4 et 7
- Godets de 20 à 50 mL
- Bêcher de 50 mL

## 7 PROCÉDURE

### 7.1 Etalonnage du pHmètre

L'utilisation du potentiomètre nécessite un étalonnage avant son utilisation, l'étalonnage se fera à l'aide des solutions tampons pH 7 et pH 4 et suivant la fiche d'utilisation du titrimètre.

### 7.2 Vérification du titre de la soude

Vérifier quotidiennement le titre de la soude par un dosage d'une solution d'acide chlorhydrique titrée à 0.1N. Pour cela :

- Prélever 5 mL d'acide HCl 0,1N, verser dans un bêcher, ajouter 30 mL d'eau déminéralisée et doser.
- Mettre en marche l'agitateur et à l'aide du titrateur effectuer le dosage jusqu'à un pH de 7, en se référant à la fiche d'utilisation de l'appareil.
- Refaire l'opération 3 fois, faire la moyenne et utiliser le nouveau titre de la soude pour exprimer les résultats des dosages en cours.

Expression du résultat :

$$N2 = (N1 \times V1) / V2$$

N1 = titre de l'acide (mL)

V1 = volume d'acide prélevé

N2 = titre de la soude

V2 = volume de la soude (mL)

### 7.3 Prise d'essai

Peser l'échantillon en utilisant la balance analytique à 0.1 mg près ou prélever 25, 50 ou 100 ml à l'aide de pipette ou de fioles jaugées. .

### 7.4 Détermination sur produit sec ou lyophilisé

Eliminer éventuellement les pédoncules, les noyaux, les loges carpellaires et dans tous les cas où c'est possible les pépins.



# Détermination de l'acidité titrable dans les fruits, jus de fruits, végétaux et extraits de plantes

SOP : Chem-ExtPlantes-02-fr

Date de creation: 27/10/20110

Révision : 2, , 27/10/2011

Dans le cas des produits déshydratés ou séchés, découper en petits morceaux une partie de l'échantillon pour laboratoire.

Homogénéiser le produit

- Peser  $m = 1,5$  g d'échantillon découpé en petit morceaux et les placer dans une fiole conique avec un barreau aimanté et ajouter 40 mL d'eau déminéralisée. Mélanger jusqu'à obtention d'un liquide homogène.
- Adapter un réfrigérant à reflux à la fiole conique puis chauffer à l'aide d'un agitateur magnétique chauffant pendant 30 minutes à  $100^{\circ}\text{C}$ .
- Refroidir, transvaser quantitativement le contenu dans une fiole jaugée de 50 mL et compléter jusqu'au trait-repère avec de l'eau déminéralisée. Bien mélanger, transvaser une partie aliquote dans un godet et prendre le pH.
- Prélever à la pipette, dans la mesure du possible une quantité suffisante d'échantillon afin que 5 à 10 mL de solution d'hydroxyde de sodium neutralisent la prise d'essai, rajouter 30 mL d'eau déminéralisée et le verser dans un bêcher muni d'un barreau aimanté.
- Mettre en marche l'agitateur et à l'aide du titrateur effectuer le dosage jusqu'à un pH de 8,1, en se référant à la fiche d'utilisation de l'appareil.
- Effectuer trois déterminations sur le même échantillon pour essai.

## 7.5 Détermination sur un produit liquide

- Prélever une partie aliquote de l'échantillon homogénéisé.
- Filtrer sur papier filtre.
- Prélever dans la mesure du possible  $v_l = 25$  mL de filtrat et les verser dans une fiole jaugée de  $V_l = 250$  mL, ajuster avec de l'eau déminéralisée.
- Prélever à la pipette, dans la mesure du possible une quantité suffisante d'échantillon afin que 5 à 10 mL de solution d'hydroxyde de sodium neutralisent la prise d'essai
- Mettre en marche l'agitateur et à l'aide du titrateur effectuer le dosage jusqu'à un pH de 8,1, en se référant à la fiche d'utilisation de l'appareil.
- Effectuer trois déterminations sur le même échantillon pour essai.

## 8 EXPRESSION DES RESULTATS

### 8.1 Mode de calcul et formules

Les résultats sont exprimés en milliéquivalents. Sachant que une mole par litre de soude équivaut à 1 équivalent par litre de solution: 0.1 mol/L de soude équivaut à 0.1 équivalent /L, un millilitre de soude 0.1 N équivaut à 0.1 milliéquivalent.

# Détermination de l'acidité titrable dans les fruits, jus de fruits, végétaux et extraits de plantes

SOP : Chem-ExtPlantes-02-fr

Date de creation: 27/10/20110

Révision : 2, , 27/10/2011

## ***Cas des produits solides***

L'acidité titrable exprimée en milliéquivalents, pour 100 mL ou 100 g de produit est obtenu par l'équation suivante :

$$\text{acidité} = N \times V_1 \times \frac{50}{V_o} \times \frac{100}{m}$$

où

N est la normalité de la soude utilisée

V<sub>1</sub> est le volume, en millilitres, de la solution d'hydroxyde de sodium

m est la masse, en grammes, de produit prélevé.

50 est le volume final de la solution dans la fiole jaugée

V<sub>o</sub> est le volume, en millilitres, de la prise d'essai aliquote de la solution

## ***Cas des produits liquides :***

$$\text{acidité} = (V_l/v_l) \times N \times V_1 \times 100 / V_o$$

où

V<sub>l</sub> volume de la fiole jaugées (250 mL)

v<sub>l</sub> volume de filtrat versé dans la fiole jaugée (25 mL)

V<sub>1</sub> est le volume, en millilitres, de la solution d'hydroxyde de sodium

N est la normalité de la soude utilisée

V<sub>o</sub> est le volume, en millilitres, de la prise d'essai aliquote de la solution

## **Remarque**

Il est également possible d'exprimer conventionnellement l'acidité titrable en grammes d'acides pour 100 g ou 100 ml de produit, en multipliant par le facteur correspondant à l'acide (voir tableau) l'une ou l'autre des formules.

Acide malique	0,067
Acide oxalique	0,045
Acide citrique mono hydraté	0,070

# Détermination de l'acidité titrable dans les fruits, jus de fruits, végétaux et extraits de plantes

SOP : Chem-ExtPlantes-02-fr

Date de creation: 27/10/20110

Révision : 2, , 27/10/2011

Acide tartrique	0,075
Acide sulfurique	0,049
Acide acétique	0,060
Acide lactique	0,090

## 8.2 Répétabilité

La différence entre les résultats de deux déterminations effectuées simultanément ou rapidement l'une après l'autre par le même analyste ne doit pas être supérieure à 2% en valeur relative par rapport à la moyenne.

## 9 POINTS CRITIQUES ET NOTE SUR LA PROCEDURE

Utiliser des solutions d'étalonnages récentes, ne pas conserver de solution de plus de 15 jours. Ecarter les solutions étalons contenant des précipités ou troublées. Ne pas oublier de bien rincer l'électrode à l'eau déminéralisée entre chaque mesure. Noter les interventions sur le cahier de suivi du pH mètre.

### Stockage :

Une électrode doit être toujours humide. Conserver la en permanence dans une solution de stockage ex :KCl 3 mol/L

### Remplissage :

Le niveau du liquide de remplissage doit être toujours maintenu proche de l'orifice de remplissage. Lire attentivement le descriptif de l'électrode pour connaître le liquide qu'elle contient.

### Nettoyage :

Pour améliorer la durée de vie des électrodes, nettoyer les régulièrement avec une solution appropriée: ex solution thio-urée pour les pollutions par sulfures et autres composés chimiques, solution de pepsine pour les protéines.

### Régénération :

La solution régénératrice contient de l'acide fluorhydrique décape et régénère la membrane pour une amélioration sensible du temps de réponse.

### La solution d'hydroxyde de sodium à 0.1 N

La soude se carbonise très rapidement avec l'oxygène pour minimiser la réaction il faudrait (bouteille de 1 litre) diviser en fraction égale dans des flacons en verre exemple: 4 \*250 mL. Ces flacons doivent porter un numéro de 1 à 4 et conserver à 4 °C.

# Détermination de l'acidité titrable dans les fruits, jus de fruits, végétaux et extraits de plantes

SOP : Chem-ExtPlantes-02-fr

Date de creation: 27/10/20110

Révision : 2, , 27/10/2011

## 10 RAPPORT D'ESSAI

Le procès-verbal d'essai doit indiquer la méthode utilisée et les résultats obtenus. Il doit, en outre, mentionner toutes les conditions opératoires non prévues dans la norme ou facultatives, ainsi que les incidents éventuels susceptibles d'avoir agis sur les résultats.

Le procès-verbal d'essai doit donner tous les renseignements nécessaires à l'identification complète de l'échantillon.

## 11 ENREGISTREMENT DES REVISIONS

Date	Personne responsable	Description de la modification

## 12 ANNEXE



**African Food Tradition rEvisited by Research**  
**FP7 n°245025**



**Deliverable D.1.2.3.1: SOP for sensory: Physical and Textural analysis for Group 1**

**Procédure pour la détermination de la teneur en eau dans les fruits, végétaux, jus de fruits et extraits de plantes**

**SOP : Chem-ExtPlantes 03-fr**

Date de creation: 01/02/2011

Révision: 2,NDJOUENKEU, 27/10/2011

Ecrit par : Pierre BIYANZI

Pour plus d'information sur ce SOP, contactez :

- Robert NDJOUENKEU, [rndjouenkeu@yahoo.fr](mailto:rndjouenkeu@yahoo.fr), co-leader WP4
- 
- 

**Ce document a été approuvé par :**

Partenaire	Noms des personnes l'ayant approuvé	Date DD/MM/YY
CIRAD		
CVG		
ENSAI	Robert NDJOUENKEU	10/10/2011
UCAD	Mady CISSE	14/06/2011

# Détermination de la teneur en eau dans les fruits, végétaux, jus de fruits et extraits de plantes

SOP : Chem-ExtPlantes-03

Date de creation: 01/02/2011

Révision : 2, NDJOUENKEU, 27/10/2011

## Table des matières

<b>1</b>	<b>Domaine et application .....</b>	<b>3</b>
<b>2</b>	<b>Références .....</b>	<b>3</b>
<b>3</b>	<b>Définitions .....</b>	<b>3</b>
<b>4</b>	<b>Principe .....</b>	<b>3</b>
<b>5</b>	<b>Réactifs .....</b>	<b>3</b>
<b>6</b>	<b>Appareillage .....</b>	<b>3</b>
<b>7</b>	<b>Procédure .....</b>	<b>4</b>
<b>8</b>	<b>Expression des résultats .....</b>	<b>4</b>
8.1	Mode de calcul et formules .....	4
8.1.1	<i>Calculs .....</i>	<i>Erreur ! Signet non défini.</i>
8.1.2	<i>Formules .....</i>	<i>Erreur ! Signet non défini.</i>
8.2	Répétabilité.....	4
<b>9</b>	<b>Points critiques et Note sur la procedure.....</b>	<b>4</b>
<b>10</b>	<b>Rapport d'essai .....</b>	<b>5</b>
<b>11</b>	<b>Enregistrement des Révisions.....</b>	<b>5</b>
<b>12</b>	<b>Annexe .....</b>	<b>5</b>

# Détermination de la teneur en eau dans les fruits, végétaux, jus de fruits et extraits de plantes

## SOP : Chem-ExtPlantes-03

Date de creation: 01/02/2011

Révision : 2, NDJOJENKEU, 27/10/2011

### DOMAINE ET APPLICATION

Le présent chapitre décrit une méthode d'évaluation de la teneur en eau dans les fruits, légumes et grains des céréales et leurs produits de mouture.

### REFERENCES

**AFNOR (Association Française de Normalisation), (1982).** *Recueil des normes françaises des produits dérivés des fruits et légumes. Jus de fruits.* 1ère édition. Paris (France). 327 p.

### DEFINITIONS

La teneur en eau est la perte en masse après dessiccation complète.

### PRINCIPE

Il consiste à sécher une masse connue de l'échantillon à 105°C dans une étuve isotherme jusqu'à masse constante (24h environ). Après refroidissement dans un dessiccateur, les échantillons sont pesés à nouveau. La teneur en eau représente la différence de masse avant et après passage à l'étuve.

### REACTIFS

### APPAREILLAGE

- Nacelles métalliques
- Etuve isotherme
- Dessiccateur
- Tamis de 400 µm d'ouverture de maille
- Balance de précision

# Détermination de la teneur en eau dans les fruits, végétaux, jus de fruits et extraits de plantes

## SOP : Chem-ExtPlantes-03

Date de creation: 01/02/2011

Révision : 2, NDJOUENKEU, 27/10/2011

### PROCEDURE

L'échantillon de végétal broyé et tamisé à 400 µm, est introduit dans les nacelles préalablement nettoyées, séchées pendant 30 minutes à 105° C à l'étuve ; puis refroidies dans un dessiccateur. Après avoir noté la masse  $M_v$  de la nacelle vide, on y introduit une masse  $M_f$  d'échantillon et l'ensemble est porté dans l'étuve à 105 °C. Après 24 heures, la masse  $M_1$  de la nacelle contenant l'échantillon séché est notée.

### EXPRESSION DES RÉSULTATS

#### 1.1 Mode de calcul et formules

La teneur en eau (TE) en pourcentage de matière humide, est déterminée par :

$$TE(\%) = \frac{M_{ev}}{M_f} \times 100$$

Avec :  $M_f$  = Masse de l'échantillon humide

$$M_{ev} = M_f - (M_1 - M_v) = \text{Masse d'eau évaporée}$$

La matière sèche (MS) est calculée par la formule suivante :

$$MS = 100 - TE \quad \text{ou} \quad MS = \frac{M_1 - M_v}{M_f} \times 100$$

#### 1.2 Répétabilité

Effectuer au moins deux déterminations sur le même produit.

### POINTS CRITIQUES ET NOTE SUR LA PROCEDURE

Ne jamais introduire des produits humides dans l'étuve contenant les prises d'essai en fin de déshydratation, cela aurait pour conséquence de réhydrater partiellement ces dernières.



# Détermination de la teneur en eau dans les fruits, végétaux, jus de fruits et extraits de plantes

## SOP : Chem-ExtPlantes-03

Date de creation: 01/02/2011

Révision : 2, NDJOUENKEU, 27/10/2011

### RAPPORT D'ESSAI

Le rapport d'essai doit indiquer la méthode utilisée et les résultats obtenus. En outre seront détaillés toute condition opératoire non indiquée dans le SOP, ou optionnelle, et les circonstances particulières qui auraient pu affecter les résultats.

Le rapport d'essai doit inclure tous les détails nécessaires à une identification précise de l'échantillon.

### ENREGISTREMENT DES REVISIONS

Date	Personne responsable	Description de la modification

# Détermination de la teneur en eau dans les fruits, végétaux, jus de fruits et extraits de plantes

SOP : Chem-ExtPlantes-03

Date de creation: 01/02/2011

Révision : 2, NDJOUENKEU, 27/10/2011

## ANNEXE



**African Food Tradition rEvisited by**  
**Research**  
**FP7 n°245025**



**Deliverable D.1.2.3.10: SOP for chemical analysis for Group 3**

**Procédure pour la détermination des cendres dans les fruits, jus de fruits, végétaux et extraits de plantes**

**SOP : Chem-ExtPlantes-004-fr**

Date de creation: 07/02/2011

Révision: 2, MADY, 27/10/2011

Ecrit par : Mady CISSE

Pour plus d'information sur ce SOP, contactez :

- Mady CISSE ([madycisse@ucad.sn](mailto:madycisse@ucad.sn)) / WP4 Leader
- ...
- 
- 

**Ce document a été approuvé par :**

Partenaires	Noms des personnes l'ayant approuvé	Date DD/MM/YY
CIRAD		
CVG		
ENSAI	Robert NDJOUENKEU	07/02/2011
UCAD	Mady CISSE	07/02/2011

# Détermination des cendres dans les fruits, jus de fruits, végétaux et extraits de plantes

SOP : Chem-ExtPlantes-04

Date de creation: 27/10/2011

Révision : 2, , 27/10/2011

## Table des matières

<b>1</b>	<b>Domaine et application .....</b>	<b>3</b>
<b>2</b>	<b>Références .....</b>	<b>3</b>
<b>3</b>	<b>Définitions .....</b>	<b>3</b>
<b>4</b>	<b>Principe .....</b>	<b>3</b>
<b>5</b>	<b>Réactifs .....</b>	<b>3</b>
<b>6</b>	<b>Appareillage .....</b>	<b>3</b>
<b>7</b>	<b>Procédure .....</b>	<b>4</b>
<b>8</b>	<b>Expression des résultats .....</b>	<b>4</b>
<b>8.1</b>	<b>Mode de calcul et formules .....</b>	<b>4</b>
<b>8.1.1</b>	<i>Calculs .....</i>	<i>Erreur ! Signet non défini.</i>
<b>8.1.2</b>	<i>Formules .....</i>	<i>Erreur ! Signet non défini.</i>
<b>8.2</b>	<b>Répétabilité.....</b>	<b>5</b>
<b>9</b>	<b>Points critiques et Note sur la procedure.....</b>	<b>5</b>
<b>10</b>	<b>Rapport d'essai .....</b>	<b>5</b>
<b>11</b>	<b>Enregistrement des Révisions.....</b>	<b>5</b>
<b>12</b>	<b>Annexe .....</b>	<b>6</b>

# Détermination des cendres dans les fruits, jus de fruits, végétaux et extraits de plantes

## SOP : Chem-ExtPlantes-04

Date de creation: 27/10/20111

Révision : 2, , 27/10/2011

## 1 DOMAINE ET APPLICATION

Cette norme spécifie une méthode de détermination des cendres des fruits, jus de fruits et de légumes et de leurs produits dérivés.

## 2 REFERENCES

Norme européenne EN 1135 Décembre 1994

Norme française V76 - 124

## 3 DEFINITIONS

**Cendres** : Résidu d'un jus de fruits ou de légumes, ou d'un produit dérivé, obtenu après avoir totalement éliminé leurs substances organiques par calcination et évaporation de l'eau ; elle est exprimée en grammes par litre ou en gramme par kilogramme.

## 4 PRINCIPE

Les cendres sont déterminées par méthode gravimétrique après avoir calciné l'échantillon à analyser dans un four à moufles à  $525\text{ °C} \pm 25\text{ °C}$ .

## 5 REACTIFS

Eau distillée

## 6 APPAREILLAGE

- Capsule
- Bain-marie
- Four à moufles
- Dessiccateur
- Balance analytique

# Détermination des cendres dans les fruits, jus de fruits, végétaux et extraits de plantes

## SOP : Chem-ExtPlantes-04

Date de creation: 27/10/20111

Révision : 2, , 27/10/2011

## 7 PROCÉDURE

### 7.1. Préparation de l'échantillon à analyser

Normalement, les produits ne doivent pas être prétraités et leur analyse par cette méthode repose sur la volumétrie, les résultats étant exprimés en litre de produit. On peut aussi effectuer l'analyse des produits concentrés sur une base volumétrique, après dilution à une densité relative connue. Dans ce cas, la densité doit être indiquée. En se basant sur un échantillon pesé et en prenant en compte le facteur de dilution dans l'analyse, on peut exprimer les résultats en kilogramme de produit. Pour les produits à forte viscosité et/ou à nombre élevé de cellules (la pulpe par exemple), le dosage effectué d'après la pesée de l'échantillon à analyser est le mode opératoire courant.

### 7.2. Analyse

- Evaporer à sec 25 ml ou 25 g de l'échantillon à analyser dans une capsule de platine préalablement pesée (masse  $m_a$ ) à l'aide du bain-marie.
- Chauffer lentement dans une hotte d'aspiration le résidu sec sur une plaque chauffante jusqu'à ce que la majeure partie des constituants organiques soit brûlée.
- Calciner le résidu dans un four à moufles à  $525 \text{ °C} \pm 25 \text{ °C}$  pour parachever la combustion du carbone et jusqu'à ce que le résidu de combustion soit devenu blanc.
- Laisser refroidir la capsule à température ambiante dans un dessiccateur et peser rapidement (masse  $m_b$ ).

## 8 EXPRESSION DES RESULTATS

### 8.1 Mode de calcul et formules

Calculer les cendres de l'échantillon à analyser en gramme par litre de la manière suivante :

$$\text{Cendres} = 40 \times (m_b - m_a)$$

où,

40 est le facteur de conversion de 25 ml à 1000 ml (ou de 25 g à 1 kg),

# Détermination des cendres dans les fruits, jus de fruits, végétaux et extraits de plantes

## SOP : Chem-ExtPlantes-04

Date de creation: 27/10/2011

Révision : 2, , 27/10/2011

$m_p$  est la masse de la capsule de platine avec des cendres en grammes,

$m_v$  est la masse de la capsule de platine vide, en grammes.

Tenir compte du facteur de dilution et de la relation de la valeur par rapport à la masse ou au volume. Si le produit concentré a été dilué à volume égal, prendre comme valeur la densité relative de l'échantillon à volume égal.

Exprimer les résultats en gramme par litre (g/L) avec deux décimales.

### 8.2 Répétabilité

Indiquer ici la différence acceptable entre deux déterminations réalisées simultanément par le même analyste pour un échantillon. Cette valeur ne devra pas excéder une valeur limite spécifiée dans ce SOP

## 9 POINTS CRITIQUES ET NOTE SUR LA PROCEDURE

- Il arrive parfois que le carbone ne soit pas complètement brûlé. Dans ce cas, humidifier les cendres avec de l'eau, puis évaporer et calciner à nouveau. Répéter plusieurs fois cette opération si nécessaire.

## 10 RAPPORT D'ESSAI

Le rapport d'essai doit indiquer la méthode utilisée et les résultats obtenus. En outre seront détaillés toute condition opératoire non indiquée dans le SOP, ou optionnelle, et les circonstances particulières qui auraient pu affecter les résultats.

Le rapport d'essai doit inclure tous les détails nécessaires à une identification précise de l'échantillon.

## 11 ENREGISTREMENT DES REVISIONS

Date	Personne responsable	Description de la modification

# Détermination des cendres dans les fruits, jus de fruits, végétaux et extraits de plantes

SOP : Chem-ExtPlantes-04

Date de creation: 27/10/2011

Révision : 2, , 27/10/2011

## 12 ANNEXE





**African Food Tradition rEvisited by Research**

**FP7 n°245025**



**Deliverable D.1.2.3.13: SOP biochemical and functional analysis for Group 3**

**Procédure pour la détermination du matériel insoluble à l'alcool (MIA) et des pectines dans les extraits de plantes**

**SOP : Chem-ExtPlantes-05-fr**

Date : **30/09/2010**

Version: **01**

Ecrit par : Mady CISSE

Pour plus d'information sur ce SOP, contactez :

- Mady CISSE ([macisse73@hotmail.com](mailto:macisse73@hotmail.com)) / WP4 Leader
- 
- 
- 

**Ce document a été approuvé par :**

Partenaire	Noms des personnes l'ayant approuvé	Date DD/MM/YY
CIRAD		
CVG		
ENSAI	Robert NDJOUENKEU	01/10/2011
UCAD	Mady CISSE	01/10/2010

## **Table des matières**

<b>1</b>	<b>Domaine et application .....</b>	<b>3</b>
<b>2</b>	<b>Références .....</b>	<b>3</b>
<b>3</b>	<b>Définitions .....</b>	<b>3</b>
<b>4</b>	<b>Principe .....</b>	<b>3</b>
<b>5</b>	<b>Réactifs .....</b>	<b>4</b>
<b>6</b>	<b>Appareillage .....</b>	<b>4</b>
<b>7</b>	<b>Procédure .....</b>	<b>4</b>
<b>8</b>	<b>Expression des résultats .....</b>	<b>5</b>
<b>8.1</b>	<b>Mode de calcul et formules .....</b>	<b>5</b>
<b>8.1.1</b>	<b><i>Calculs .....</i></b>	<b>5</b>
<b>8.1.2</b>	<b><i>Formules .....</i></b>	<b>5</b>
<b>8.2</b>	<b>Répétabilité.....</b>	<b>6</b>
<b>9</b>	<b>Points critiques et Note sur la procedure.....</b>	<b>6</b>
<b>10</b>	<b>Rapport d'essai .....</b>	<b>6</b>
<b>11</b>	<b>Enregistrement des Révisions.....</b>	<b>6</b>
<b>12</b>	<b>Annexe .....</b>	<b>6</b>

# Détermination du matériel insoluble à l'alcool (MIA) et des pectines

## SOP : Chem-ExtPlantes-05

Date: 30/09/2010

Version : 1

## 1 DOMAINE ET APPLICATION

Cette méthode est développée pour doser les pectines (acides uroniques) dans les fruits et légumes. La méthode consiste dans une première phase à extraire les composés de la paroi cellulaire ou le matériel insoluble à l'alcool (MIA) et ensuite doser les pectines.

## 2 REFERENCES

## 3 DEFINITIONS

Les pectines sont des polymères de polysaccharides acides. Elles appartiennent à la famille des sucres, et se trouvent exclusivement chez les végétaux, notamment au niveau de la paroi cellulaire (on parle d'ailleurs de paroi pectocellulosique). Les pectines jouent un grand rôle structural, qui explique leur application en tant que gélifiant. Elles sont composées d'une chaîne principale d'acide uronique lié en 1-4. Régulièrement entre ces monomères s'intercalent des molécules de rhamnoses par des liaisons 1-2 et 1-4. On parle plutôt des pectines. Ce sont des molécules complexes qui se distinguent par leur degré de méthylation (DM). Le degré de méthylation correspond au nombre de fonctions COOH estérifiées par le méthanol pour 100 COOH et est à la base de la classification des substances pectiques :

- Acides pectiques = DM < 5%
- Pectines faiblement méthoxylées (LM, Low Methoxyl) = DM < 45-50 %
- Pectines hautement méthoxylées (HM, High Methoxyl) = DM > 50 %

## 4 PRINCIPE

### 4.1 Principe d'extraction des parois cellulaires

Pour extraire les constituants des parois cellulaires ou le matériel insoluble à l'alcool (MIA), des étapes sont nécessaires : **la séparation des autres constituants cellulaires et le dosage de la fraction de paroi brute.**

Ainsi après broyage, les tissus végétaux subissent une série de réactions, qui n'altèrent pas les constituants des parois cellulaires plus résistantes

# Détermination du matériel insoluble à l'alcool (MIA) et des pectines

## SOP : Chem-ExtPlantes-05

Date: 30/09/2010

Version : 1

### 4.2 Principe d'extraction et de dosage des pectines

A partir du MIA, les pectines sont solubilisés dans l'eau à pH 4 et 1,5 à température ambiante.

## 5 REACTIFS

### 5.1 Réactifs pour l'extraction des parois cellulaires ou MIA

- Ethanol 80 %
- Ethanol 96 %
- Acétone
- Ether

### 5.2 Réactifs pour l'extraction des pectines

- Ethanol 96 %
- Acétone
- Ether

## 6 APPAREILLAGE

- Verreries classiques de laboratoires
- Etuve sous vide

## 7 PROCÉDURE

### 7.1 Extraction des parois cellulaires ou MIA

- Peser 40 grammes du matériel végétal dans un erlenmeyer
- Mettre dans 200 ml (compenser l'évaporation) ETHANOL 96%
- Chauffer 200ml ETHANOL jusqu'à ébullition
- Verser l'ETHANOL chaud dans la purée
- Chauffer pendant 30 minutes en agitant
- Réajuster avec de l'ETHANOL 96% (le niveau ne doit pas descendre en dessous de 200ml)
- Laisser refroidir
- Prendre un fritté (le tarer)
- Verser le mélange sous vide
- Rincer avec 1L d'ETHANOL à 80% (800ml ETHANOL /200mL EAU) toujours sous vide
- Rincer avec 200 ml d'ETHANOL à 96%
- Rincer avec 100 ml d'ACETONE

## Détermination du matériel insoluble à l'alcool (MIA) et des pectines

### SOP : Chem-ExtPlantes-05

Date: 30/09/2010

Version : 1

- Rincer avec 100 ml d'ETHER
- Laisser évaporer l'éther sous la hôte avant de mettre à l'étuve à 70°C pendant 3 heures puis à l'étuve sous vide pendant 6 heures (1 nuit)
- Après refroidissement, peser la masse de MIA ( $M_1$ )

## 7.2 Extraction des pectines du MIA

- Peser 1 g de parois cellulaires brutes ou MIA (obtenues au 7.1)
  - ajouter 50 ml d'eau à pH 4 ou pH 1,5
  - centrifuger 20 min à 18 000 tr/min
- Récupérer le surnageant (pectines)
- Mesurer le volume
  - Mettre dans 1 vol de surnageant + 4 vol d'éthanol 96 %
  - Agiter
  - Filtrer sur une toile à buter (sous vide)
- Sécher à l'éthanol 96 % avec 200 ml
- Sécher à l'acétone avec 100 ml
- Sécher à l'éther avec 100 ml
- Mettre à l'étuve 70°C pendant 3 heures
- Mettre à l'étuve sous vide pendant 6 heures (1 nuit)
- Après refroidissement, peser la masse de pectines ( $M_2$ )

## 8 EXPRESSION DES RÉSULTATS

### 8.1 Mode de calcul et formules

#### *8.1.1 Calculs*

#### *8.1.2 Formules*

# Détermination du matériel insoluble à l'alcool (MIA) et des pectines

## SOP : Chem-ExtPlantes-05

Date: 30/09/2010

Version : 1

### 8.2 Répétabilité

## 9 POINTS CRITIQUES ET NOTE SUR LA PROCEDURE

## 10 RAPPORT D'ESSAI

Le rapport d'essai doit indiquer la méthode utilisée et les résultats obtenus. En outre seront détaillés toute condition opératoire non indiquée dans le SOP, ou optionnelle, et les circonstances particulières qui auraient pu affecter les résultats.

Le rapport d'essai doit inclure tous les détails nécessaires à une identification précise de l'échantillon.

## 11 ENREGISTREMENT DES REVISIONS

Date	Personne responsable	Description de la modification

## 12 ANNEXE



**African Food Tradition rEvisited by Research**

**FP7 n°245025**



**Deliverable D.1.2.3.10 : SOP for chemical analysis for Group 3**

**Procédure pour la détermination des fibres totales dans les fruits, légumes et produits dérivés**

**SOP : Chem-ExtPlantes-06-fr**

Date de creation: 30/9/2010

Révision: 0

Ecrit par : Laetitia MESTRES

Pour plus d'information sur ce SOP, contactez :

- Mady CISSE ([macisse73@hotmail.com](mailto:macisse73@hotmail.com)) / WP4 Leader
- ...
- 
- 

**Ce document a été approuvé par :**

Partenaire	Noms des personnes l'ayant approuvé	Date DD/MM/YY
CIRAD	Laetitia MESTRES	30/09/2010
CVG		
ENSAI	Robert NDJOUENKEU	02/10/2011
UCAD	Mady CISSE	01/10/2011

## **Table des matières**

<b>1</b>	<b>Domaine et application .....</b>	<b>3</b>
<b>2</b>	<b>Références .....</b>	<b>3</b>
<b>3</b>	<b>Définitions.....</b>	<b>3</b>
<b>4</b>	<b>Principe .....</b>	<b>3</b>
<b>5</b>	<b>Réactifs .....</b>	<b>3</b>
<b>6</b>	<b>Appareillage .....</b>	<b>3</b>
<b>7</b>	<b>Procédure.....</b>	<b>3</b>
<b>8</b>	<b>Expression des résultats .....</b>	<b>4</b>
8.1	Mode de calcul et formules .....	4
8.1.1	<i>Calculs .....</i>	<i>4</i>
8.1.2	<i>Formules.....</i>	<i>5</i>
8.2	Répétabilité.....	5
<b>9</b>	<b>Points critiques et Note sur la procedure.....</b>	<b>5</b>
<b>10</b>	<b>Rapport d'essai .....</b>	<b>5</b>
<b>11</b>	<b>Enregistrement des Révisions.....</b>	<b>5</b>
<b>12</b>	<b>Annexe .....</b>	<b>Erreur ! Signet non défini.</b>



# Détermination des fibres totales dans les fruits, légumes et produits dérivés

## SOP : Chem-ExtPlantes-06

Date de creation: 27/10/2011

Révision : 0

### 1 DOMAINE ET APPLICATION

Applicable aux fruits, légumes et produits dérivés.

### 2 REFERENCES

### 3 DEFINITIONS

Les matières cellulosiques constituent le résidu organique obtenu après deux hydrolyses successives (en milieu acide et en milieu alcalin) suivi d'une complexation avec l'EDTA.

### 4 PRINCIPE

Le principe consiste à la minéralisation de l'échantillon par l'acide sulfurique en présence d'un catalyseur sous forme de pastille, alcalinisation des produits de la réaction, distillation et récupération de l'ammoniac libéré dans une solution d'acide borique titrée en retour par une solution d'acide sulfurique.

### 5 REACTIFS

- $H_2SO_4$  0,3N ;
- NaOH 1,5N;
- EDTA (Complexon II);
- Acétone p.a ;
- Alcool éthylique (éthanol 95°C) ;
- Antimousse.

### 6 APPAREILLAGE

- Balance de précision 0.1mg
- Dessiccateur ;

# Détermination des fibres totales dans les fruits, légumes et produits dérivés

## SOP : Chem-ExtPlantes-06

Date de creation: 27/10/2011

Révision : 0

- Ballon de 250ml à col rodé ;
- Réfrigérant ascendant ;
- Plaque chauffante ou bec bunsen ;
- Creuset filtrant de porosité 2 ;
- Four à moufle.

## 7 PROCÉDURE

- Peser dans le ballon 0,2 à 1g de l'échantillon préalablement broyé et homogène;
- Ajouter 50ml de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,3N et une goutte d'antimousse ;
- Chauffer à douce ébullition pendant 30min et agiter doucement toutes les 5min en évitant que la matière adhère aux parois du ballon ;
- Ajouter par le haut du réfrigérant 25ml de NaOH 1,5N;
- Chauffer de nouveau pendant 25min ;
- Mettre une pincée (environ 0,5g) d'EDTA et laisser au feu pendant 5min ;
- Filtrer à chaud au creuset filtrant de porosité 2 ;
- Laver avec 25 ml de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,3N puis avec 3 portions de 50ml d'eau distillée, ensuite 25ml d'éthanol et enfin 25 ml d'acétone ;
- Sécher le creuset à l'étuve à 130°C pendant 2h ;
- Laisser refroidir au dessiccateur et peser ;
- Porter au four et incinérer à 400°C pendant 2h ;
- Laisser refroidir à nouveau au dessiccateur et peser.

## 8 EXPRESSION DES RÉSULTATS

### 8.1 Mode de calcul et formules

#### 8.1.1 Calculs

Soit

M<sub>1</sub> la masse du creuset + matière après séchage à étuve

# Détermination des fibres totales dans les fruits, légumes et produits dérivés

## SOP : Chem-ExtPlantes-06

Date de creation: 27/10/2011

Révision : 0

$M_2$  la masse du creuset + matière après incinération au four

$M$  la masse de l'échantillon.

### 8.1.2 Formules

$$\% \text{Cellulose brute} = \frac{(M_1 - M_2)}{M} * 100$$

NB : Exprimer les résultats avec 2 décimales

### 8.2 Répétabilité

Répétabilité +/- 5%

## 9 POINTS CRITIQUES ET NOTE SUR LA PROCEDURE

- ✓ Ne pas faire surchauffer l'échantillon durant le broyage ;
- ✓ S'assurer que le creuset est propre et utiliser toujours la porosité 2.

## 10 RAPPORT D'ESSAI

Le rapport d'essai doit indiquer la méthode utilisée et les résultats obtenus. En outre seront détaillés toute condition opératoire non indiquée dans le SOP, ou optionnelle, et les circonstances particulières qui auraient pu affecter les résultats.

Le rapport d'essai doit inclure tous les détails nécessaires à une identification précise de l'échantillon.

## 11 ENREGISTREMENT DES REVISIONS

Date	Personne responsable	Description de la modification

# Détermination des fibres totales dans les fruits, légumes et produits dérivés

## SOP : Chem-ExtPlantes-06

Date de creation: 27/10/2011

Révision : 0



**African Food Tradition rEvisited by Research**

**FP7 n°245025**



**Deliverable D.1.2.3.10 : SOP for chemical analysis Group 3**

**Procédure pour la détermination de l'amidon dans les fruits, légumes et produits dérivés**

**SOP : Chem-ExtPlantes-07-fr**

Date de creation: 15/07/2011

Révision: 0

Ecrit par : Alé KANE

Pour plus d'information sur ce SOP, contactez :

- Mady CISSE ([macisse73@hotmail.com](mailto:macisse73@hotmail.com)) / WP4 Leader
- ...
- 
- 

**Ce document a été approuvé par :**

Partenaire	Noms des personnes l'ayant approuvé	Date DD/MM/YY
CIRAD		
CVG		
ENSAI	Robert NDJOUENKEU	24/07/2010
UCAD	Mady CISSE	25/07/2010

## **Table des matières**

<b>1</b>	<b>Domaine et application .....</b>	<b>3</b>
<b>2</b>	<b>Références .....</b>	<b>3</b>
<b>3</b>	<b>Définitions.....</b>	<b>3</b>
<b>4</b>	<b>Principe .....</b>	<b>3</b>
<b>5</b>	<b>Réactifs .....</b>	<b>3</b>
<b>6</b>	<b>Appareillage .....</b>	<b>4</b>
<b>7</b>	<b>procedure.....</b>	<b>4</b>
<b>8</b>	<b>Expression des résultats .....</b>	<b>5</b>
8.1	Mode de calcul et formules .....	5
8.1.1	<i>Calculs .....</i>	<i>5</i>
8.1.2	<i>Formules.....</i>	<i>5</i>
8.2	Répétabilité.....	6
<b>9</b>	<b>Rapport d'essai .....</b>	<b>6</b>
<b>10</b>	<b>Enregistrement des Révision.....</b>	<b>6</b>
<b>11</b>	<b>Annexe :.....</b>	<b>6</b>

# Détermination de l'amidon dans les fruits, légumes et produits dérivés

## SOP : Chem-ExtPlantes-07

Date de creation: 15/07/2011

Révision :

### 1 DOMAINE ET APPLICATION

Applicable aux fruits, légumes et produits dérivés.

### 2 REFERENCES

Méthode de Luff-Schoorl après hydrolyse par HCl après ébullition pendant 3 heures.

### 3 DEFINITIONS

L'amidon constitue la principale réserve de sucre chez les végétaux. Elle est constituée de l'enchaînement d'un grand nombre de molécules de glucose.

### 4 PRINCIPE

La liqueur sucrée est oxydée à chaud par une solution cupro- alcaline et l'excès de liqueur cuprique est titré par iodométrie. Parallèlement, on titre la liqueur cupro- alcaline (blanc).

### 5 REACTIFS

- Acide chlorhydrique (213ml /2l) : mettre dans une fiole jaugée de 2l un peu d'eau distillée ; ajouter ensuite 213ml de HCl concentré puis compléter au trait avec de l'eau distillée et homogénéiser.
- Thiosulfate de sodium 0,1 N ;
- Lessive de soude 40%
- Acide chlorhydrique 1/4(25% v/v)
- Phénolphtaléine à 1% dans de l'éthanol à 96° ;
- Iodure de potassium 30% ;
- Acide sulfurique 6N ;
- Empois d'amidon 5g /l : délayer 0, 5g d'amidon dans 100ml d'eau distillée, porter à l'ébullition et maintenir quelques minutes cette ébullition en agitant avec une spatule. Laisser refroidir.
- Réactif de Luff Schoorl.

# Détermination de l'amidon dans les fruits, légumes et produits dérivés

## SOP : Chem-ExtPlantes-07

Date de creation: 15/07/2011

Révision :

- Solution de sulfate de cuivre : dissoudre 25g de sulfate de cuivre p.a.  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  exempt de fer, dans 100ml d'eau distillée;
- Solution d'acide citrique : dissoudre 50 g d'acide citrique p.a,  $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  dans 50ml d'eau distillée;
- Solution de carbonate de sodium : dissoudre 143,8g de carbonate de sodium anhydre pur p.a  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  dans 300ml environ d'eau distillée chaude. Laisser refroidir.

### Préparation

Verser tout en agitant prudemment la solution d'acide citrique dans la solution de carbonate de sodium. Ajouter ensuite la solution de sulfate de cuivre et compléter à 1litre avec de l'eau distillée. Laisser reposer une nuit et filtrer. Contrôler la normalité du réactif ainsi obtenu ( $\text{Cu}$  0,1N ;  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  2N) le pH de la solution doit être de 9,4 environ.

## 6 APPAREILLAGE

- Balance de Précision 1/10000 g ;
- Bain marie ;
- Burette graduée ;
- Réfrigérateur ;
- Réfrigérant ascendant ;
- Papier filtre Wattman Ø 150mm ;
- Verrerie de laboratoire.

## 7 PROCEDURE

Echantillonnage : broyer l'échantillon d'au moins 200g avec l'appareil Futsch munis du tamis 0,5mm : conserver l'échantillon dans un flacon bien fermé.

- Peser 1g d'échantillon dans un erlenmeyer et ajouter 50ml d'eau distillée ;
- Mettre au frigo pendant 20min ;
- Faire un bain marie bouillant pendant 20min ;



# Détermination de l'amidon dans les fruits, légumes et produits dérivés

## SOP : Chem-ExtPlantes-07

Date de creation: 15/07/2011

Révision :

- Filtrer sur papier filtre ;
- Récupérer le résidu en perçant le papier filtre avec HCl (213ml/2l) ;
- Faire une hydrolyse avec réfrigérant pendant 2h et y mettre des billes de verre ;
- Refroidir la solution et neutraliser avec la lessive de soude en présence de phénolphthaléine puis décolorer avec quelques gouttes de HCl au ¼.
- Transvaser dans une fiole jaugée de 250ml, agiter puis filtrer ;
- Prendre 5 mL de filtrat + 5ml de réactif de Luff Schoorl, adapter au réfrigérant et chauffer entre 60 et 70°C pendant 5mn puis refroidir ;
- Mettre 3 mL de KI (30%) + 3ml de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 6N;
- Titrer avec du thiosulfate 0.1N en présence de quelques gouttes d'empois d'amidon;
- Faire un blanc (5 mL d'eau distillée + 5 mL de réactif de Luff Schoorl et procéder de la même façon qu'avec l'échantillon).

## 8 EXPRESSION DES RÉSULTATS

### 8.1 Mode de calcul et formules

#### 8.1.1 Calculs

PE : prise d'essai

X= quantité de sucres (en mg) correspondant à la différence des volumes de thiosulfate versés respectivement pour le blanc et pour l'échantillon. Cette Valeur est obtenue à l'aide d'une table donnant la quantité de saccharose (en mg) en fonction du nombre de ml de thiosulfate 0,1N.

#### 8.1.2 Formules

$$\% \text{ Amidon} = \frac{X * 250 * 100}{PE * 5 * 1000} * 0,95$$

# Détermination de l'amidon dans les fruits, légumes et produits dérivés

## SOP : Chem-ExtPlantes-07

Date de creation: 15/07/2011

Révision :

### 8.2 Répétabilité

## 9 RAPPORT D'ESSAI

Le rapport d'essai doit indiquer la méthode utilisée et les résultats obtenus. En outre seront détaillés toute condition opératoire non indiquée dans le SOP, ou optionnelle, et les circonstances particulières qui auraient pu affecter les résultats.

Le rapport d'essai doit inclure tous les détails nécessaires à une identification précise de l'échantillon.

## 10 ENREGISTREMENT DES REVISION

Date	Personne responsable	Description de la modification

## 11 ANNEXE : Extrait de la table de correspondance de Luff-Schoorl (page suivante)

**NB:** les valeurs de la première colonne correspondent à la différence des volumes de thiosulfate utilisés pour titrer le blanc et l'échantillon ( $V_{\text{blanc}} - V_{\text{échantillon}}$ ).

# Détermination de l'amidon dans les fruits, légumes et produits dérivés

## SOP : Chem-ExtPlantes-07

Date de creation: 15/07/2011

Révision :

### Extrait table des valeurs pour 25 mL de réactif selon Luff-Schoorl

Thiosulfate de sodium Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 0,1N (mL)	Glucose, fructose, sucre inverti (mg)	Lactose (mg)	Maltose (mg)
1	2,4	3,6	3,9
2	4,8	7,2	7,8
3	7,2	11,0	11,
4	9,7	14,7	15,6
5	12,2	18,2	19,6
6	14,7	22,1	23,5
7	17,2	25,8	27,5
8	19,8	29,5	31,5
9	22,4	33,2	35,5
10	25,0	37,0	39,5
11	27,6	40,8	43,5
12	30,3	44,6	47,5
13	33,0	48,4	51,6
14	35,7	52,2	55,7
15	38,2	56,0	59,8
16	41,3	59,9	63,9
17	44,2	63,8	68,0
18	47,1	67,7	72,2
19	50,0	71,7	76,5
20	53,0	75,7	80,9
21	56,0	79,8	85,4
22	59,1	83,9	90,0

# Détermination de l'amidon dans les fruits, légumes et produits dérivés

## SOP : Chem-ExtPlantes-07

Date de creation: 15/07/2011

Révision :

23	62,2	88,0	94,6
----	------	------	------



**African Food Tradition rEvisited by  
Research**  
**FP7 n°245025**



**Deliverable D.1.2.3.10: SOP for chemical analysis Group 3**

**Procédure pour la détermination de la teneur en lipide total dans les fruits,  
végétaux et extraits de plantes**

**SOP : Chem-ExtPlantes-08-fr**

Date de creation: 30/9/2010

Révision: 1, CISSE, 27/10/2011

Ecrit par : Ale KANE

Pour plus d'information sur ce SOP, contactez :

- Mady CISSE ([macisse73@hotmail.com](mailto:macisse73@hotmail.com)) / WP4 Leader
- ...
- 
- 

**Ce document a été approuvé par :**

Partenaires	Noms des personnes l'ayant approuvé	Date DD/MM/YY
CIRAD		
CVG		
ENSAI	Robert NDJOUENKEU	19/10/2010
UCAD	Mady CISSE	20/10/2010

# Détermination de la teneur en lipide total dans les fruits, végétaux et extraits de plantes

SOP : Chem-ExtPlantes-08-fr

Date de création:

Révision : 1, 19/10/2010

## Table des matières

<b>1</b>	<b>Domaine et application .....</b>	<b>3</b>
<b>2</b>	<b>Références .....</b>	<b>3</b>
<b>3</b>	<b>Définitions .....</b>	<b>3</b>
<b>4</b>	<b>Principe .....</b>	<b>3</b>
<b>5</b>	<b>Réactifs .....</b>	<b>3</b>
<b>6</b>	<b>Appareillage .....</b>	<b>3</b>
<b>7</b>	<b>Procédure .....</b>	<b>4</b>
<b>8</b>	<b>Expression des résultats .....</b>	<b>5</b>
8.1	Calculs .....	5
8.2	Formules .....	5
<b>9</b>	<b>Rapport d'essai .....</b>	<b>5</b>
<b>10</b>	<b>Enregistrement des Révisions .....</b>	<b>5</b>

# Détermination de la teneur en lipide total dans les fruits, végétaux et extraits de plantes

## SOP : Chem-ExtPlantes-08-fr

Date de création:

Révision : 1, 19/10/2010

### 1 DOMAINE ET APPLICATION

Applicable aux produits de mer, aux fruits, aux légumes et produits dérivés.

### 2 REFERENCES

Méthode de Soxhlet

### 3 DEFINITIONS

Nom donné aux matières grasses animales et végétales, les lipides ou corps gras sont des molécules insolubles dans l'eau, mais solubles dans les solvants organiques tels que l'éther éthylique. Les cellules vivantes produisent un grand nombre de ces composés, dont la plupart contiennent des acides gras ou des dérivés d'acides gras.

### 4 PRINCIPE

L'échantillon est pesé et placé dans une capsule en cellulose. On effectue une extraction en continu par l'éther éthylique à ébullition qui dissout graduellement la matière grasse. Le solvant contenant la matière grasse retourne dans le ballon par déversements successifs causés par un effet de siphon dans le coude latéral. Comme seul le solvant peut s'évaporer de nouveau, la matière grasse s'accumule dans le ballon jusqu'à ce que l'extraction soit complète. Une fois l'extraction terminée, l'éther est évaporé et la matière grasse est pesée.

### 5 REACTIFS

- Ether éthylique

### 6 APPAREILLAGE

- Balance analytique ;
- Dessiccateur
- Extracteur Soxhlet
- Ballon et chauffe ballon
- Cartouches de cellulose

# Détermination de la teneur en lipide total dans les fruits, végétaux et extraits de plantes

## SOP : Chem-ExtPlantes-08-fr

Date de création:

Révision : 1, 19/10/2010

- Réfrigérant à eau
- Evaporateur rotatif (ROTAVAPOR)
- Etuve réglable à 103°C.

## 7 PROCEDURE

- Broyer d'abord l'échantillon pour faciliter l'extraction de la matière grasse ;
- Peser la masse à vide du ballon séché (103°C pendant 30 min) et refroidi dans le dessiccateur ;
- Faire une prise d'essai de 1g d'échantillon dans la cartouche ;
- Placer la cartouche dans le Soxhlet en l'ayant recouvert avec du coton ou avec un linge propre et sec ;
- Peser la masse à vide du ballon qui servira à l'extraction et y introduire 250 à 500 mL d'éther ;
- Réaliser le montage de l'appareil (chauffe ballon, ballon, Soxhlet et réfrigérant) ;
- Alimenter le réfrigérant avec de l'eau de robinet (la température doit être suffisamment faible pour permettre une condensation complète des vapeurs chaudes d'éther) ;
- **Vérifier le montage ;**
- Brancher la prise du chauffe ballon et régler la température à 60°C ;
- Effectuer 4 à 6 siphonages ;
- Débrancher le chauffe ballon ;
- Eliminer par distillation l'éther contenu dans le ballon à l'aide de l'évaporateur rotatif (ROTAVAPOR)
- Placer le ballon dans l'étuve réglée à 103°C pendant 30 minutes ;
- Refroidir ce ballon pendant 30 minutes dans le dessiccateur ;
- Peser la masse finale du ballon contenant les lipides extraits



# Détermination de la teneur en lipide total dans les fruits, végétaux et extraits de plantes

SOP : Chem-ExtPlantes-08-fr

Date de création:

Révision : 1, 19/10/2010

## 8 EXPRESSION DES RESULTATS

### 8.1 Calculs

Mo : masse à vide du ballon d'extraction (en gramme)

M1 : masse du ballon contenant les lipides (en gramme)

P : la prise d'essai (en gramme)

### 8.2 Formules

Teneur en lipides totaux de l'échantillon :

$$\text{Teneur en lipides (\%)} = \frac{(M1 - M0)}{P} \times 100$$

## 9 RAPPORT D'ESSAI

Le rapport d'essai doit indiquer la méthode utilisée et les résultats obtenus. En outre seront détaillés toute condition opératoire non indiquée dans le SOP, ou optionnelle, et les circonstances particulières qui auraient pu affecter les résultats.

Le rapport d'essai doit inclure tous les détails nécessaires à une identification précise de l'échantillon.

## 10 ENREGISTREMENT DES REVISIONS

Date	Personne responsable	Description de la modification



**African Food Tradition rEvisited by Research**

**FP7 n°245025**



**Deliverable D.1.2.3.10: SOP for chemical analysis for Group 3**

**Procédure pour la détermination de la teneur en sucres totaux dans les fruits, légumes et produits dérivés**

**SOP : Chem-ExtPlantes-09-fr**

Date de creation: 15/06/2011

Révision: 1, CISSE, 20/06/2011

Ecrit par : Ale KANE

Pour plus d'information sur ce SOP, contactez :

- Mady CISSE ([macisse73@hotmail.com](mailto:macisse73@hotmail.com)) / WP4 Leader
- ...
- 
- 

**Ce document a été approuvé par :**

Partenaire	Noms des personnes l'ayant approuvé	Date DD/MM/YY
CIRAD		
CVG		
ENSAI	Robert NDJOUENKEU	05/07/2011
UCAD	Mady CISSE	25/06/2011

## Table des matières

<b>1</b>	<b>Domaine et application .....</b>	<b>3</b>
<b>2</b>	<b>Références .....</b>	<b>3</b>
<b>3</b>	<b>Définitions .....</b>	<b>3</b>
<b>4</b>	<b>Principe .....</b>	<b>3</b>
<b>5</b>	<b>Réactifs .....</b>	<b>3</b>
<b>6</b>	<b>Appareillage .....</b>	<b>4</b>
<b>7</b>	<b>Procédure .....</b>	<b>4</b>
<b>8</b>	<b>Expression des résultats .....</b>	<b>5</b>
<b>8.1</b>	<b>Mode de calcul et formules .....</b>	<b>5</b>
<b>8.1.1</b>	<b><i>Calculs</i> .....</b>	<b>5</b>
<b>8.1.2</b>	<b><i>Formules</i> .....</b>	<b>5</b>
<b>8.2</b>	<b>Répétabilité.....</b>	<b>6</b>
<b>9</b>	<b>Rapport d'essai .....</b>	<b>6</b>
<b>10</b>	<b>Enregistrement des Révisions .....</b>	<b>6</b>
<b>11</b>	<b>Annexe :.....</b>	<b>6</b>

## 1 DOMAINE ET APPLICATION

Applicable aux fruits, légumes et produits dérivés.

## 2 REFERENCES

Méthode de Luff-Schoorl après hydrolyse par HCl pendant 3 minutes d'ébullition.

## 3 DEFINITIONS

## 4 PRINCIPE

La liqueur sucrée est oxydée à chaud par une solution cupro-alcaline et l'excès de liqueur cuprique est titré par iodométrie. Parallèlement, on titre la liqueur cupro-alcaline.

## 5 REACTIFS

- Solution cupro-alcaline
  - Sulfate de cuivre pur,  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  25 g
  - Acide citrique 50 g
  - Carbonate de sodium cristallisé ( $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ) 383 g
  - Ou Carbonate de sodium anhydre ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ) 143,8g
  - Eau qsp 1000 ml

Préparation de la solution :

- 1) Dissoudre le sulfate de cuivre dans 100 ml d'eau distillée
  - 2) Dissoudre l'acide citrique dans 300 ml d'eau distillée
  - 3) Dissoudre le carbonate de sodium dans 300 ml d'eau distillée
  - 4) Mélanger doucement la solution d'acide citrique et la solution de carbonate de sodium
  - 5) Ajouter la solution de sulfate de cuivre
  - 6) Porter au litre
- Acide chlorhydrique HCl (d = 1,18) ;
  - Lessive de soude à 33 % ;

- Solution d'iodure de potassium (KI) à 30 % (Conserver en flacon brun) ;
- Acide sulfurique, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (d= 1,83-1,84) ;
- Acide sulfurique à 25 % ;
- Empois d'amidon à 5 g par litre dans l'eau;
- Solution de thiosulfate de sodium 0,1 N ;  
Titre à déterminer exactement par une solution 0,1 N d'iode ;
- Solution d'iode 0,1N.

## 6 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, notamment :

- Balance de Précision 1/10000 g ;
- Bain marie ;
- Burette graduée ;
- Plaque chauffante ;
- Réfrigérant ascendant ;
- Papier filtre ;
- Billes de verre ;
- Verrerie de laboratoire.

## 7 PROCEDURE

- 1) Prélever 1g ou 1ml de l'échantillon ;
- 2) Diluer dans 50 ml d'eau déminéralisée ;
- 3) Ajouter 1 ml d'acide chlorhydrique (d = 1,18) ;
- 4) Mélanger et placer au bain marie bouillant pendant 3 min ;
- 5) Refroidir puis ajouter quelques gouttes de lessive de soude ;
- 6) Transvaser dans une fiole de 100 mL et compléter au trait de jauge ;
- 7) Filtrer ;
- 8) Diluer le filtrat si nécessaire ;
- 9) Prélever 25 ml de filtrat dilué dans une fiole conique de 250 ml
- 10) Ajouter 25 ml de solution cupro-alcaline

- 11) Ajouter quelques billes de verre
- 12) Porter à ébullition (qui doit être atteint rapidement)
- 13) Maintenir l'ébullition pendant 10 min exactement
- 14) Refroidir immédiatement sous un courant d'eau froide
- 15) Ajouter 10 ml de solution d'iodure de potassium à 30 %
- 16) Ajouter 25 ml d'acide sulfurique à 25 %
- 17) Titrer par la solution 0,1 N de thiosulfate de sodium en présence d'empois d'amidon
- 18) Effectuer un dosage témoin dans lequel les 25 ml du filtrat sont remplacés par 25 ml d'eau distillée.

## 8 EXPRESSION DES RESULTATS

### 8.1 Mode de calcul et formules

#### 8.1.1 Calculs

E : Prise d'essai en gramme (échantillon solide);

V : Prise d'essai en millilitre (échantillon liquide) ;

V0 : Volume de solution de thiosulfate 0,1N utilisé pour titrer le blanc ;

V1 : Volume de solution de thiosulfate 0,1N utilisé pour titrer l'échantillon ;

m : masse de sucre, exprimée en mg, correspondant à la différence de volume entre le blanc et l'échantillon (V0-V1) dans la table de correspondance (ANNEXE).

d : facteur de dilution

#### 8.1.2 Formules

##### - Produits solides

La teneur en sucres totaux, exprimée en mg pour 100 g de produit, est donnée par la relation :

$$\% \text{ sucres réducteurs} = m \times \frac{100}{25} \times d \times \frac{100}{E}$$

##### - Produits liquides

La teneur en sucres totaux, exprimée en mg pour 100 mL de produit, est donnée par la relation :

$$\% \text{ sucres réducteurs} = m \times \frac{100}{25} \times d \times \frac{100}{V}$$

## 8.2 Répétabilité

## 9 RAPPORT D'ESSAI

Le rapport d'essai doit indiquer la méthode utilisée et les résultats obtenus. En outre seront détaillés toute condition opératoire non indiquée dans le SOP, ou optionnelle, et les circonstances particulières qui auraient pu affecter les résultats.

Le rapport d'essai doit inclure tous les détails nécessaires à une identification précise de l'échantillon.

## 10 ENREGISTREMENT DES REVISIONS

Date	Personne responsable	Description de la modification

## 11 ANNEXE : Extrait de la table de correspondance de Luff-Schoorl (page suivante)

**NB:** les valeurs de la première colonne correspondent à la différence des volumes de thiosulfate utilisés pour titrer le blanc et l'échantillon ( $V_{\text{blanc}} - V_{\text{échantillon}}$ ).

Dosage des sucres totaux: Méthode de Luff Schoorl

**SOP : Chem-ExtPlantes-09**

Date de creation: 15/06/2011

Révision : 1, CISSE, 20/06/2011

**Extrait table des valeurs pour 25 mL de réactif selon Luff-Schoorl**

<b>Thiosulfate de sodium Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 0,1N (mL)</b>	<b>Glucose, fructose, sucre inverti (mg)</b>	<b>Lactose (mg)</b>	<b>Maltose (mg)</b>
1	2,4	3,6	3,9
2	4,8	7,2	7,8
3	7,2	11,0	11,
4	9,7	14,7	15,6
5	12,2	18,2	19,6
6	14,7	22,1	23,5
7	17,2	25,8	27,5
8	19,8	29,5	31,5
9	22,4	33,2	35,5
10	25,0	37,0	39,5
11	27,6	40,8	43,5
12	30,3	44,6	47,5
13	33,0	48,4	51,6
14	35,7	52,2	55,7
15	38,2	56,0	59,8
16	41,3	59,9	63,9
17	44,2	63,8	68,0
18	47,1	67,7	72,2
19	50,0	71,7	76,5
20	53,0	75,7	80,9
21	56,0	79,8	85,4
22	59,1	83,9	90,0
23	62,2	88,0	94,6





**African Food Tradition rEvisited by  
Research**  
**FP7 n°245025**



**Deliverable D.1.2.3.10: SOP for chemical analysis for Group 3**

**Procédure pour la détermination des sucres totaux dans les poudres des  
fruits, légumes et extraits de plantes**

**SOP : Chem-ExtPlantes-10-fr**

Date de creation: 01/02/2011

Révision: 2,NDJOUENKEU, 27/10/2011

Ecrit par : Pierre BIYANZI

Pour plus d'information sur ce SOP, contactez :

- Robert NDJOUENKEU, [rndjoudenkeu@yahoo.fr](mailto:rndjoudenkeu@yahoo.fr), co-leader WP4
- 
- 

**Ce document a été approuvé par :**

Partenaires	Noms des personnes l'ayant approuvé	Date DD/MM/YY
CIRAD		
CVG		
ENSAI	Robert NDJOUENKEU	14/07/2011
UCAD	Mady CISSE	16/07/2011

# détermination des sucres totaux dans les poudres des fruits, légumes et extraits de plantes

## SOP : Chem-ExtPlantes-10

Date de creation: 01/02/2011

Révision : 2, NDJOUENKEU, 27/10/2011

## Table des matières

<b>1</b>	<b>Domaine et application .....</b>	<b>3</b>
<b>2</b>	<b>Références .....</b>	<b>3</b>
<b>3</b>	<b>Définitions .....</b>	<b>3</b>
<b>4</b>	<b>Principe .....</b>	<b>3</b>
<b>5</b>	<b>Réactifs .....</b>	<b>3</b>
<b>6</b>	<b>Appareillage .....</b>	<b>3</b>
<b>7</b>	<b>Procédure .....</b>	<b>4</b>
<b>8</b>	<b>Expression des résultats .....</b>	<b>4</b>
8.1	Mode de calcul et formules .....	4
8.1.1	<i>Calculs .....</i>	<i>Erreur ! Signet non défini.</i>
8.1.2	<i>Formules .....</i>	<i>Erreur ! Signet non défini.</i>
8.2	Répétabilité.....	5
<b>9</b>	<b>Points critiques et Note sur la procedure.....</b>	<b>5</b>
<b>10</b>	<b>Rapport d'essai .....</b>	<b>5</b>
<b>11</b>	<b>Enregistrement des Révisions.....</b>	<b>5</b>
<b>12</b>	<b>Annexe .....</b>	<b>6</b>

# détermination des sucres totaux dans les poudres des fruits, légumes et extraits de plantes

## SOP : Chem-ExtPlantes-10

Date de creation: 01/02/2011

Révision : 2, NDJOJENKEU, 27/10/2011

### DOMAINE ET APPLICATION

Le présent chapitre décrit la méthode de dosage des sucres totaux dans les poudres ou farines des fruits, légumes et céréales.

### RÉFÉRENCES

**Dubois M., Gilles K.A., Hamilton J.K., Robert P.A. and Smith F., 1956.** Colorimetry method for determination of sugar and related substances. Ann. Chem. 28: 350-356.

### DEFINITIONS

Les glucides complexes ou osides, résultent de l'association de plusieurs molécules d'oses, avec éventuellement des substances de nature non glucidique. La substance non glucidique est dénommée aglycone.

### PRINCIPE

En milieu acide et à chaud, les glucides complexes s'hydrolysent en oses (pentoses et hexoses), qui subissent une cyclisation pour donner respectivement le furfural et l'hydroxyméthyl furfural. Les composés ainsi formés réagissent avec le phénol pour former un complexe coloré jaune orangé présentant une absorption maximale à 490 nm.

### REACTIFS

- $ZnSO_4$
- ferrocyanure de potassium 15%  $K_4 [Fe (CN)_6]$
- phénol (5%)
- éthanol à 70%
- $H_2SO_4$

### APPAREILLAGE

- Spectrophotomètre

# détermination des sucres totaux dans les poudres des fruits, légumes et extraits de plantes

## SOP : Chem-ExtPlantes-10

Date de creation: 01/02/2011

Révision : 2, NDJOUENKEU, 27/10/2011

- Erlenmeyer
- Bain-marie
- Burette graduée
- Micropipettes

### PROCEDURE

#### -Extraction des sucres totaux

0,5g d'échantillon sont pesés dans un erlenmeyer muni d'un bouchon avec tube de dégagement et 10 ml d'acide sulfurique 1,5N y sont introduits. Le tube est fermé et laissé à ébullition pendant 45 min au bain-marie. Après refroidissement à température ambiante, 10 ml d'éthanol à 70% sont ajoutés puis 0,5 ml de sulfate de zinc (2 g / 100 ml), et 0,5 ml de ferrocyanure de potassium (10,6 g / 100ml). Le mélange est filtré dans une fiole de 50 ml et le volume est ajusté au trait de jauge.

#### - Dosage

A 0,2 ml de solution à doser, sont successivement ajoutés 1ml de phénol (5%) et 5 ml de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> concentré. Après 10mn de repos à température ambiante, l'ensemble est bien homogénéisé puis porté au bain marie à 30°C pendant 20mn. La DO de la coloration orangée développée est lue au spectrophotomètre à 490nm contre un blanc (exempt d'échantillon) préparé dans les mêmes conditions.

### EXPRESSION DES RESULTATS

#### 1.1 Mode de calcul et formules

La quantité de sucres dans la prise d'essai est déterminée en se référant à la courbe d'étalonnage établie à partir d'une solution mère de glucose (10 mg/100ml) (cf. annexe).

Si l'équation de régression de la droite d'étalonnage est :  $y = ax + b$

avec :

y la densité optique

x la quantité de sucres dans le volume de l'extrait analysé.

La quantité de sucres en g équivalent glucose pour 100 g d'extrait sec est donnée par la relation :

$$Q = \frac{x * V * d * 100}{m * v * (100 - TE)} * 100$$

# détermination des sucres totaux dans les poudres des fruits, légumes et extraits de plantes

## SOP : Chem-ExtPlantes-10

Date de creation: 01/02/2011

Révision : 2, NDJOUENKEU, 27/10/2011

où  $m$  est la masse de l'échantillon  
 $d$  est le facteur de dilution  
 $V$  est le volume total de l'extrait  
 $v$  est le volume d'extrait analysé  
 $TE$  est la teneur en eau de l'échantillon

### 1.2 Répétabilité

Effectuer au moins deux déterminations sur le même substrat. La différence entre les résultats des deux essais effectués simultanément ou rapidement l'un après l'autre, par le même analyste, ne doit pas dépasser 5%.

#### POINTS CRITIQUES ET NOTE SUR LA PROCEDURE

Pendant le dosage, verser toujours l'acide sulfurique sur la paroi du tube, afin d'éviter la coloration sombre.

#### RAPPORT D'ESSAI

Le rapport d'essai doit indiquer la méthode utilisée et les résultats obtenus. En outre seront détaillés toute condition opératoire non indiquée dans le SOP, ou optionnelle, et les circonstances particulières qui auraient pu affecter les résultats.

Le rapport d'essai doit inclure tous les détails nécessaires à une identification précise de l'échantillon.

#### ENREGISTREMENT DES REVISIONS

Date	Personne responsable	Description de la modification

# détermination des sucres totaux dans les poudres des fruits, légumes et extraits de plantes

## SOP : Chem-ExtPlantes-10

Date de creation: 01/02/2011

Révision : 2, NDJOUENKEU, 27/10/2011

### ANNEXE

Procédure de l'étalonnage et de dosage des sucres totaux par le phénol aqueux

N° des tubes	1	2	3	4	5	6	inconnu
Etalon glucose 0.1mg/ml (ml)	0	0,25	0,5	0,75	1	1,25	/
Echantillon (ml)	/	/	/	/	/	/	0,5
Eau distillée (ml)	4	3,75	3,5	3,25	3	2,75	3,5
Phénol aqueux (ml)	1	1	1	1	1	1	1
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> concentré (ml)	5	5	5	5	5	5	5
DO moyenne à 490 nm							y
Quantité de glucose (mg)							x



**African Food Tradition rEvisited by  
Research**  
**FP7 n°245025**



**Deliverable D.1.2.3.10: SOP for Chemical analysis for Group 3**

**Procédure pour la détermination de la teneur en sucres réducteurs dans les fruits, légumes et produits dérivés**

**SOP : Chem-ExtPlantes-11-fr**

Date de creation: 15/06/2011

Révision: 1, CISSE, 20/06/2011

Ecrit par : Alé KANE

Pour plus d'information sur ce SOP, contactez :

- Mady CISSE ([macisse73@hotmail.com](mailto:macisse73@hotmail.com)) / WP4 Leader
- ...
- 
- 

**Ce document a été approuvé par :**

Partenaires	Noms des personnes l'ayant approuvé	Date DD/MM/YY
CIRAD		
CVG		
ENSAI	Robert NDJOUENKEU	30/07/2011
UCAD	Mady CISSE	23/06/2011

## Table des matières

<b>1</b>	<b>Domaine et application .....</b>	<b>3</b>
<b>2</b>	<b>Références .....</b>	<b>3</b>
<b>3</b>	<b>Définitions .....</b>	<b>3</b>
<b>4</b>	<b>Principe .....</b>	<b>3</b>
<b>5</b>	<b>Réactifs .....</b>	<b>3</b>
<b>6</b>	<b>Appareillage .....</b>	<b>4</b>
<b>7</b>	<b>Procédure .....</b>	<b>4</b>
<b>8</b>	<b>Expression des résultats .....</b>	<b>5</b>
8.1	Mode de calcul et formules .....	5
8.1.1	<i>Calculs .....</i>	<i>5</i>
8.1.2	<i>Formules .....</i>	<i>5</i>
8.2	Répétabilité.....	6
<b>9</b>	<b>Rapport d'essai .....</b>	<b>6</b>
<b>10</b>	<b>Enregistrement des Révisions.....</b>	<b>6</b>
<b>11</b>	<b>Annexe .....</b>	<b>6</b>



## 1 DOMAINE ET APPLICATION

Applicable aux fruits, légumes et produits dérivés.

## 2 REFERENCES

Méthode de Luff-Schoorl.

## 3 DEFINITIONS

## 4 PRINCIPE

La liqueur sucrée est oxydée à chaud par une solution cupro-alcaline et l'excès de liqueur cuprique est titré par iodométrie. Parallèlement, on titre la liqueur cupro-alcaline.

## 5 REACTIFS

- Solution cupro-alcaline
  - Sulfate de cuivre pur,  $\text{CuSO}_4, 5\text{H}_2\text{O}$  25 g
  - Acide citrique 50 g
  - Carbonate de sodium cristallisé ( $\text{Na}_2\text{CO}_3, 10\text{H}_2\text{O}$ ) 383 g
  - Ou Carbonate de sodium anhydre ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ) 143,8g
  - Eau qsp 1000 ml

### Préparation de la solution :

- 1) Dissoudre le sulfate de cuivre dans 100 ml d'eau distillée
  - 2) Dissoudre l'acide citrique dans 300 ml d'eau distillée
  - 3) Dissoudre le carbonate de sodium dans 300 ml d'eau distillée
  - 4) Mélanger doucement la solution d'acide citrique et la solution de carbonate de sodium
  - 5) Ajouter la solution de sulfate de cuivre
  - 6) Porter au litre
- Solution d'iodure de potassium (KI) à 30 % (Conserver en flacon brun) ;

- Acide sulfurique,  $H_2SO_4$  ( $d= 1,83-1,84$ ) ;
- Acide sulfurique à 25 % ;
- Empois d'amidon à 5 g par litre ;  
Contenant 200 mg de chlorure de sodium par litre  
Maintenir la solution 10 min à l'ébullition
- Solution de thiosulfate de sodium 0,1 N.  
Titre à déterminer exactement par une solution 0,1 N d'iode
- Solution d'iode 0,1N

## 6 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, notamment :

- Balance de Précision 1/10000 g ;
- Bain marie ;
- Burette graduée ;
- Plaques chauffantes ;
- Réfrigérant ascendant ;
- Papier filtre ;
- Billes de verre ;
- Verrerie de laboratoire.

## 7 PROCEDURE

### 3-1- Dosage des sucres réducteurs

- 1) Peser avec précision 1g ou 1 ml de l'échantillon
- 2) Diluer la prise d'essai dans 100 ml d'eau déminéralisée
- 3) Agiter et filtrer sur papier
- 4) Diluer le filtrat si nécessaire. Soit d le facteur de dilution.
- 5) Prélever 25 ml de filtrat dilué dans une fiole conique de 250 ml
- 6) Ajouter 25 ml de solution cupro-alcaline
- 7) Ajouter quelques billes de verre
- 8) Porter à ébullition (qui doit être atteint rapidement)

- 9) Maintenir l'ébullition pendant 10 min exactement
- 10) Refroidir immédiatement sous un courant d'eau froide
- 11) Ajouter 10 ml de solution d'iodure de potassium à 30 %
- 12) Ajouter 25 ml d'acide sulfurique à 25 %
- 13) Titrer par la solution 0,1 N de thiosulfate de sodium en présence d'empois d'amidon
- 14) Effectuer un dosage témoin dans lequel les 25 ml du filtrat sont remplacés par 25 ml d'eau distillée.

## 8 EXPRESSION DES RÉSULTATS

### 8.1 Mode de calcul et formules

#### 8.1.1 Calculs

E : Prise d'essai en gramme (échantillon solide);

V : Prise d'essai en millilitre (échantillon liquide) ;

V0 : Volume de solution de thiosulfate 0,1N utilisé pour titrer le blanc ;

V1 : Volume de solution de thiosulfate 0,1N utilisé pour titrer l'échantillon ;

m : masse de sucre, exprimée en mg, correspondant à la différence de volume entre le blanc et l'échantillon (V0-V1) dans la table de correspondance (ANNEXE) ;

d : facteur de dilution.

#### 8.1.2 Formules

##### - Produits solides

La teneur en sucres réducteurs, exprimée en mg pour 100 g de produit, est donnée par la relation :

$$\% \text{ sucres réducteurs} = m \times \frac{100}{25} \times d \times \frac{100}{E}$$

##### - Produits liquides

La teneur en sucres réducteurs, exprimée en mg pour 100 mL de produit, est donnée par la relation :

$$\% \text{ sucres réducteurs} = m \times \frac{100}{25} \times d \times \frac{100}{V}$$

## 8.2 Répétabilité

## 9 RAPPORT D'ESSAI

Le rapport d'essai doit indiquer la méthode utilisée et les résultats obtenus. En outre seront détaillés toute condition opératoire non indiquée dans le SOP, ou optionnelle, et les circonstances particulières qui auraient pu affecter les résultats.

Le rapport d'essai doit inclure tous les détails nécessaires à une identification précise de l'échantillon.

## 10 ENREGISTREMENT DES REVISIONS

Date	Personne responsable	Description de la modification

## 11 ANNEXE : Extrait de la table de correspondance de Luff-Schoorl (page suivante)

**NB:** les valeurs de la première colonne correspondent à la différence des volumes de thiosulfate utilisés pour titrer le blanc et l'échantillon ( $V_{\text{blanc}} - V_{\text{échantillon}}$ ).

## Extrait table des valeurs pour 25 mL de réactif selon Luff-Schoorl

Thiosulfate de sodium Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 0,1N (mL)	Glucose, fructose, sucre inverti (mg)	Lactose (mg)	Maltose (mg)
1	2,4	3,6	3,9
2	4,8	7,2	7,8
3	7,2	11,0	11,
4	9,7	14,7	15,6
5	12,2	18,2	19,6
6	14,7	22,1	23,5
7	17,2	25,8	27,5
8	19,8	29,5	31,5
9	22,4	33,2	35,5
10	25,0	37,0	39,5
11	27,6	40,8	43,5
12	30,3	44,6	47,5
13	33,0	48,4	51,6
14	35,7	52,2	55,7
15	38,2	56,0	59,8
16	41,3	59,9	63,9
17	44,2	63,8	68,0
18	47,1	67,7	72,2
19	50,0	71,7	76,5
20	53,0	75,7	80,9
21	56,0	79,8	85,4
22	59,1	83,9	90,0
23	62,2	88,0	94,6

Dosage des sucres réducteurs: Méthode de Luff Schoorl

SOP : **Chem-ExtPlantes-11**

Date de creation: 15/06/2011

Révision : 1, CISSE, 27/10/2011



**African Food Tradition rEvisited by Research**  
**FP7 n°245025**



**Deliverable D.1.2.3.10: SOP for chemical analysis for Group 3**

**Procédure pour la détermination des sucres réducteurs dans les poudres des fruits, légumes et extraits de plantes**

**SOP : Chem-ExtPlantes-12-fr**

Date de creation: 01/02/2011

Révision: 2,NDJOUENKEU, 27/10/2011

Ecrit par : Pierre BIYANZI

Pour plus d'information sur ce SOP, contactez :

- Robert NDJOUENKEU, [rndjoudenkeu@yahoo.fr](mailto:rndjoudenkeu@yahoo.fr), co-leader WP4
- 
- 

**Ce document a été approuvé par :**

Partenaire	Noms des personnes l'ayant approuvé	Date DD/MM/YY
CIRAD		
CVG		
ENSAI	Robert NDJOUENKEU	24/07/2011
UCAD	Mady CISSE	01/08/2011

# détermination des sucres réducteurs dans les poudres des fruits, légumes et extraits de plantes

## SOP : Chem-ExtPlantes-12

Date de creation: 01/02/2011

Révision : 2, NDJOUENKEU, 27/10/2011

## Table des matières

<b>1</b>	<b>Domaine et application .....</b>	<b>3</b>
<b>2</b>	<b>Références .....</b>	<b>3</b>
<b>3</b>	<b>Définitions .....</b>	<b>3</b>
<b>4</b>	<b>Principe .....</b>	<b>3</b>
<b>5</b>	<b>Réactifs .....</b>	<b>3</b>
<b>6</b>	<b>Appareillage .....</b>	<b>4</b>
<b>7</b>	<b>Procédure .....</b>	<b>4</b>
<b>8</b>	<b>Expression des résultats .....</b>	<b>4</b>
<b>8.1</b>	<b>Mode de calcul et formules .....</b>	<b>4</b>
<b>8.1.1</b>	<b>Calculs .....</b>	<i>Erreur ! Signet non défini.</i>
<b>8.1.2</b>	<b>Formules .....</b>	<i>Erreur ! Signet non défini.</i>
<b>8.2</b>	<b>Répétabilité.....</b>	<b>5</b>
<b>9</b>	<b>Points critiques et Note sur la procedure.....</b>	<b>5</b>
<b>10</b>	<b>Rapport d'essai .....</b>	<b>5</b>
<b>11</b>	<b>Enregistrement des Révisions.....</b>	<b>5</b>
<b>12</b>	<b>Annexe .....</b>	<b>6</b>



# détermination des sucres réducteurs dans les poudres des fruits, légumes et extraits de plantes

## SOP : Chem-ExtPlantes-12

Date de creation: 01/02/2011

Révision : 2, NDJOUENKEU, 27/10/2011

### DOMAINE ET APPLICATION

Le présent chapitre décrit la méthode de dosage des sucres libres (oses ou monosaccharides) dans les poudres ou farines des fruits, légumes et céréales.

### RÉFÉRENCES

**Fisher, E. H., & Stein, E. A. (1961).** DNS colorimetric determination of available carbohydrates in foods. *Biochemical preparations*, 8, 30-37.

### DEFINITIONS

Les oses simples ou monosaccharides sont des composés non hydrolysables, possédant plusieurs fonctions alcools, plus un groupement réducteur qui peut être soit pseudo-aldéhydique (aldose), soit pseudo-cétonique (cétose).

### PRINCIPE

Le principe de cette méthode est la réduction du DNS en milieu alcalin par les sucres et la formation d'un produit rouge brun lorsqu'il est chauffé. L'intensité de la couleur développée à 540 nm est proportionnelle à la concentration en sucre.

### REACTIFS

- $ZnSO_4$
- ferrocyanure de potassium 15%  $K_4 [Fe (CN)_6]$
- DNS (Acide 3,5 dinitro salicylique) :
- éthanol à 70%
- tartrate double de Na et de K
- NaOH

# détermination des sucres réducteurs dans les poudres des fruits, légumes et extraits de plantes

## SOP : Chem-ExtPlantes-12

Date de creation: 01/02/2011

Révision : 2, NDJOJENKEU, 27/10/2011

### APPAREILLAGE

- Spectrophotomètre
- Erlenmeyer
- Bain-marie
- Micropipettes

### PROCEDURE

#### - Extraction des sucres libres

0,5g de poudre de *jaabi* sont pesés dans un erlenmeyer muni d'un bouchon avec tube de dégagement. Le tube est fermé et laissé à ébullition pendant 45 min au bain-marie. Après refroidissement à température ambiante, 10 ml d'éthanol à 70% sont ajoutés, puis 0,5 ml de sulfate de zinc (2 g / 100 ml), et 0,5 ml de ferrocyanure de potassium (10,6 g / 100ml). Le mélange est filtré dans une fiole jaugée de 50 ml et le volume est ajusté au trait de jauge.

#### - Dosage

0,25 ml du filtrat dilué sont ajoutés dans un tube à essai, ainsi que 0,5 ml de NaOH 1N et 0,25 ml de DNS. Le mélange est chauffé dans un bain-marie bouillant pendant 5 min puis 4 ml d'eau distillée sont ajoutés dans le milieu. Le mélange est agité et l'absorbance lue à 540 nm contre un blanc (exempt d'échantillon) préparé dans les mêmes conditions.

### EXPRESSION DES RESULTATS

#### 1.1 Mode de calcul et formules

La quantité de sucres libres dans la prise d'essai est déterminée en se référant à la courbe d'étalonnage de glucose établie à partir d'une solution-mère de glucose à 10 mg/100ml (cf. annexe 2).

Si l'équation de régression de la droite d'étalonnage  $y = ax + b$

avec :

y la densité optique

x la quantité de sucres dans le volume de l'extrait analysé.

# détermination des sucres réducteurs dans les poudres des fruits, légumes et extraits de plantes

## SOP : Chem-ExtPlantes-12

Date de creation: 01/02/2011

Révision : 2, NDJOUENKEU, 27/10/2011

La quantité de sucres libres en g équivalent glucose pour 100 g d'extrait sec est donnée par la relation :

$$Q = \frac{x * V * d * 100}{m * v * (100 - TE)} * 100$$

où m est la masse de l'échantillon

d est le facteur de dilution

V est le volume total de l'extrait

v est le volume de l'extrait analysé

TE est la teneur en eau de l'échantillon

### 1.2 Répétabilité

Effectuer au moins deux déterminations sur le même substrat. La différence entre les résultats des deux essais effectués simultanément ou rapidement l'un après l'autre, par le même analyste, ne doit pas dépasser 5%.

#### POINTS CRITIQUES ET NOTE SUR LA PROCEDURE

Le DNS est spécifique aux sucres réducteurs, soluble uniquement en milieu alcalin.

#### RAPPORT D'ESSAI

Le rapport d'essai doit indiquer la méthode utilisée et les résultats obtenus. En outre seront détaillés toute condition opératoire non indiquée dans le SOP, ou optionnelle, et les circonstances particulières qui auraient pu affecter les résultats.

Le rapport d'essai doit inclure tous les détails nécessaires à une identification précise de l'échantillon.

#### ENREGISTREMENT DES REVISIONS

Date	Personne responsable	Description de la modification

# détermination des sucres réducteurs dans les poudres des fruits, légumes et extraits de plantes

## SOP : Chem-ExtPlantes-12

Date de creation: 01/02/2011

Révision : 2, NDJOUENKEU, 27/10/2011

### ANNEXE 1

#### Préparation de la solution du DNS

Dans un erlenmeyer de 100 ml, peser 1 g de DNS (acide 3,5- dinitrosalicylique), le dissoudre dans 20 ml de NaOH 10%. Ajouter 30 g de tartrate double de Na et de K puis ajuster le volume à l'eau distillée.

### ANNEXE 2

Procédure de l'étalonnage et de dosage des sucres libres par le DNS

N° des tubes	1	2	3	4	5	6	inconnu
Standard glucose 0.1mg/ml (ml)	0	0,25	0,5	0,75	1	1,25	/
Echantillon (ml)	/	/	/	/	/	/	0,5
NaOH 1N (ml)	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5
DNS (ml)	0,25	0,25	0,25	0,25	0,25	0,25	0,25
Eau distillée (ml)	4,25	4	3,75	3,5	3,25	3	3,75
DO moyenne à 540 nm							y
Quantité de glucose (mg)							x



**African Food Tradition rEvisited by Research**

**FP7 n°245025**



**Deliverable D.1.2.3.10: SOP for chemical analysis for Group 3**

**Procédure pour la détermination de la teneur en azote et calcul de la teneur en protéines brutes dans les fruits et légumes et produits dérivés**

**SOP : Chem-ExtPlantes-13-fr**

Date de creation: 07/02/2010

Révision: 2, MADY, 27/10/2011

Ecrit par : Mady CISSE

Pour plus d'information sur ce SOP, contactez :

- Mady CISSE ([madycisse@ucad.sn](mailto:madycisse@ucad.sn)) / WP4 Leader
- ...
- 
- 

**Ce document a été approuvé par :**

Partenaire	Noms des personnes l'ayant approuvé	Date DD/MM/YY
CIRAD		
CVG		
ENSAI	Robert NDJOUENKEU	07/06/2011
UCAD	Mady CISSE	17/06/2011

# Détermination de la teneur en azote et calcul de la teneur en protéines brutes dans les fruits et légumes et produits dérivés

SOP : Chem-ExtPlantes-13

Date de creation: 27/10/20110

Révision : 2, , 27/10/2011

## Table des matières

<b>1</b>	<b>Domaine et application</b> .....	<b>3</b>
<b>2</b>	<b>Références</b> .....	<b>3</b>
<b>3</b>	<b>Définitions</b> .....	<b>3</b>
<b>4</b>	<b>Principe</b> .....	Erreur ! Signet non défini.
<b>5</b>	<b>Réactifs</b> .....	<b>3</b>
<b>6</b>	<b>Appareillage</b> .....	<b>4</b>
<b>7</b>	<b>Procédure</b> .....	<b>4</b>
<b>8</b>	<b>Expression des résultats</b> .....	<b>6</b>
8.1	Mode de calcul et formules .....	Erreur ! Signet non défini.
8.1.1	<i>Calculs</i> .....	<i>Erreur ! Signet non défini.</i>
8.1.2	<i>Formules</i> .....	<i>Erreur ! Signet non défini.</i>
8.2	Répétabilité.....	Erreur ! Signet non défini.
<b>9</b>	<b>Points critiques et Note sur la procedure</b> .....	<b>6</b>
<b>10</b>	<b>Rapport d'essai</b> .....	<b>6</b>
<b>11</b>	<b>Enregistrement des Révisions</b> .....	<b>7</b>
<b>12</b>	<b>Annexe</b> .....	<b>7</b>

# Détermination de la teneur en azote et calcul de la teneur en protéines brutes dans les fruits et légumes et produits dérivés

## SOP : Chem-ExtPlantes-13

Date de creation: 27/10/20110

Révision : 2, , 27/10/2011

## 1 DOMAINE ET APPLICATION

Cette norme européenne spécifie une méthode pour la détermination de la teneur en azote des fruits et jus de fruits selon la méthode de Kjeldahl, et une méthode de calcul de la teneur en protéines brutes. La méthode ne fait pas la distinction entre azote protéique et azote non protéique

## 2 REFERENCES

Norme NF EN ISO 20483, 2007

Norme NF ISO 712, 1999

Norme française V03-707

## 3 DEFINITIONS

**Teneur en azote :** quantité d'azote déterminée après l'application du mode opératoire décrit dans le présent document. Elle est exprimée en pourcentage en masse de produit sec

**Protéines brutes :** quantité de protéines brutes obtenue à partir de la teneur en azote telle que déterminée en appliquant la méthode décrite dans le présent document, calculée en multipliant cette teneur par un facteur approprié selon le type de céréale ou légumineuse Elle est exprimée en pourcentage en masse de produit sec

## 4. Principe

Minéralisation d'une prise d'essai par l'acide sulfurique en présence d'un catalyseur, alcalinisation des produits de la réaction, distillation de l'ammoniac libéré qui, recueilli dans une solution d'acide borique, est titré par une solution d'acide sulfurique. Détermination de la teneur en azote et calcul de la teneur en protéines brutes.

## 5. REACTIFS

- Sulfate de potassium ( $K_2SO_4$ ).
- Sulfate de cuivre(II) pentahydrate ( $CuSO_4, 5H_2O$ ).
- Oxyde de titane ( $TiO_2$ ).
- Acide sulfurique,  $c(H_2SO_4) = 18 \text{ mol/l}$ ,  $\rho_{20}(H_2SO_4) = 1,84 \text{ g/ml}$ .
- Huile de paraffine.

# Détermination de la teneur en azote et calcul de la teneur en protéines brutes dans les fruits et légumes et produits dérivés

## SOP : Chem-ExtPlantes-13

Date de creation: 27/10/20110

Révision : 2, , 27/10/2011

- Acétanilide, ayant un point de fusion de 114 °C : teneur en azote de 10,36 g/100 g
- Tryptophane, ayant un point de fusion de 282 °C : teneur en azote de 13,72 g/100 g.
- di-phosphore pentaoxyde (P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>)
- Solution aqueuse d'acide borique, r20(H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub>) = 40 g/l, ou toute autre concentration préconisée pour l'appareillage utilisé.
- Indicateurs colorés (Vert de bromocrésol et Rouge de méthyle)

### Solution A

Vert de bromocrésol : 200 mg  
Éthanol, (C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH), à 95 % (V/V), qsp : 100 ml

### Solution B

Rouge de méthyle : 200 mg  
Éthanol (C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH), à 95 % (V/V), qsp : 100 ml

Mélanger cinq volumes de la solution A avec 1 volume de la solution B.

- Solution aqueuse d'hydroxyde de sodium (NaOH), 33 % (m/m), ou 40 % (m/m)
- Acide sulfurique, solution titrée c(H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) = 0,05 mol/l.
- Sulfate d'ammonium, solution titrée c(NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>.SO<sub>4</sub> = 0,05 mol/l.

## 6. APPAREILLAGE

- Broyeur mécanique.
- Tamis, de 0,8 mm d'ouverture de maille.
- Balance analytique, capable de peser à 0,001 g près.
- Appareillage pour la minéralisation, la distillation et le titrage.

## 7. PROCÉDURE

### 7.1. Préparation de l'échantillon pour essai

Si nécessaire, broyer l'échantillon, de telle sorte qu'il passe en totalité au travers d'un tamis de 0,8 mm d'ouverture de maille. Homogénéiser.

### 7.2. Détermination de la teneur en eau

Déterminer la teneur en eau (H) de l'échantillon pour essai à partir d'une fraction aliquote de l'échantillon préparé. Réaliser la détermination en suivant la méthode appropriée au produit en essai (par exemple, norme V05-105)

### 7.3. Prise d'essai

Peser, à 0,001 g près, une masse de l'échantillon pour essai préparé selon l'article 8, choisie en fonction de la teneur présumée en azote, de façon que la prise d'essai contienne entre 0,005 g et 0,02 g d'azote.



# Détermination de la teneur en azote et calcul de la teneur en protéines brutes dans les fruits et légumes et produits dérivés

## SOP : Chem-ExtPlantes-13

Date de creation: 27/10/20110

Révision : 2, , 27/10/2011

### 7.4 Minéralisation

- Introduire la prise d'essai dans le tube de minéralisation.
- Ajouter :
  - 10 g de sulfate de potassium ;
  - 0,30 g de sulfate de cuivre(II) pentahydrate;
  - 0,30 g d'oxyde de titane;
  - 20 ml d'acide sulfurique (5.4).
- Mélanger soigneusement de manière à assurer un mouillage complet de la prise d'essai.
- Placer les tubes dans le bloc de minéralisation préchauffé à  $420\text{ °C} \pm 10\text{ °C}$ .
- Après 2 h minimum de minéralisation, laisser refroidir.

### Remarques

- Un catalyseur en pastilles répondant à la composition décrite peut être utilisé.
- La quantité d'acide peut être modulée en fonction de l'appareillage, mais seulement après s'être assuré que cette disposition conduit bien à un taux de récupération de 99,5 % pour l'acétanilide et de 99,0 % pour le tryptophane.
- Il peut être utile d'ajouter un anti-mousse tel que l'huile de paraffine.
- Suivre les recommandations du constructeur du matériel en ce qui concerne l'aspiration des vapeurs, car une trop forte aspiration peut entraîner une perte d'azote.

### 7.5. Distillation

Dans le tube refroidi, ajouter avec précaution 50 ml d'eau, et laisser refroidir. Dans le flacon collecteur, introduire 50 ml d'acide borique et quelques gouttes d'indicateur coloré.

Ajouter un **excédent** de 5 ml de la solution d'hydroxyde de sodium nécessaire pour neutraliser la quantité d'acide sulfurique mise en œuvre. Procéder ensuite à la distillation.

#### Remarque

En fonction du matériel, les quantités de réactifs utilisées peuvent être variables

### 7.6. Titrage

Le titrage peut être réalisé à l'aide de la solution d'acide sulfurique (5.12.) soit en continu en cours de distillation, soit en fin de distillation sur l'ensemble du distillat.

### 7.7. Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc avec les réactifs utilisés en 7.4, 7.5 et 7.6.

# Détermination de la teneur en azote et calcul de la teneur en protéines brutes dans les fruits et légumes et produits dérivés

## SOP : Chem-ExtPlantes-13

Date de creation: 27/10/20110

Révision : 2, , 27/10/2011

## 8. EXPRESSION DES RESULTATS

### 8.1. Teneur en azote

La teneur en azote, N, exprimée en pourcentage en masse de produit sec, est obtenue à l'aide de l'équation suivante :

$$N = \frac{(V_1 - V_0) \times T \times 0,014 \times 100}{m} \times \frac{100}{100 - H}$$

où :

$V_0$  est le volume, en millilitres, de la solution d'acide sulfurique utilisée pour l'essai à blanc ;

$V_1$  est le volume, en millilitres, de la solution d'acide sulfurique utilisée pour la prise d'essai ;

0,014 est l'expression, en grammes, de la quantité d'azote équivalente à l'utilisation de 1 ml d'une solution d'acide sulfurique de normalité 1 (0,5 mol/l) ;

$T$  est la normalité de la solution d'acide sulfurique utilisée lors du titrage ;

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

$H$  est la teneur en eau, déterminée à l'article 9.

Exprimer le résultat avec deux décimales.

### 8.2. Teneur en protéines brutes

Calculer la teneur en protéines brutes du produit sec en multipliant la valeur obtenue lors de la détermination de la teneur en azote (11.1) par le facteur conventionnel de 6,25, Arrondir le résultat à une décimale près.

## 9. POINTS CRITIQUES ET NOTE SUR LA PROCEDURE

## 10. RAPPORT D'ESSAI

Le rapport d'essai doit indiquer la méthode utilisée et les résultats obtenus. En outre seront détaillés toute condition opératoire non indiquée dans le SOP, ou optionnelle, et les circonstances particulières qui auraient pu affecter les résultats.

Le rapport d'essai doit inclure tous les détails nécessaires à une identification précise de l'échantillon.

# Détermination de la teneur en azote et calcul de la teneur en protéines brutes dans les fruits et légumes et produits dérivés

## SOP : Chem-ExtPlantes-13

Date de creation: 27/10/20110

Révision : 2, , 27/10/2011

### 11. ENREGISTREMENT DES REVISIONS

Date	Personne responsable	Description de la modification

### 12. ANNEXE



**African Food Tradition rEvisited by Research**  
**FP7 n°245025**



**Deliverable D.1.2.3.10: SOP for chemical analysis for Group 3**

**Détermination des acides organiques et sucres solubles dans les produits végétaux**

**SOP Number: Chem-ExtPlantes-14-fr**

Date : **23/05/2011**

Version : **1**

Ecrit par : Laetitia MESTRES

Pour plus d'information sur ce SOP, contactez :

- Mady CISSE ([macisse73@hotmail.com](mailto:macisse73@hotmail.com)) / WP4 Leader
- 
- 

**Ce document a été approuvé par :**

Partenaire	Noms des personnes l'ayant approuvé	Date DD/MM/YY
CIRAD	Laetitia MESTRES	23/05/2011
CVG		
ENSAI	Robert NDJOUENKEU	17/10/2011
UCAD	Mady CISSE	17/10/2011

# Détermination des acides organiques et sucres solubles dans les produits céréaliers fermentés

SOP Number: **Chem-ExtPlantes-14-fr**

Date : 23/05/2011

Version : 1

## Table des matières

<b>1</b>	<b>Domaine et application .....</b>	<b>3</b>
<b>2</b>	<b>References .....</b>	<b>3</b>
<b>3</b>	<b>Définitions .....</b>	<b>3</b>
<b>4</b>	<b>Principe .....</b>	<b>3</b>
<b>5</b>	<b>Reactifs .....</b>	<b>4</b>
<b>6</b>	<b>Appareillage .....</b>	<b>4</b>
<b>7</b>	<b>Procédure .....</b>	<b>5</b>
7.1	Extraction.....	5
7.2	Réalisation de la solution des standards de sucres et acides organiques .....	5
7.3	Conditions chromatographiques et dosage.....	6
<b>8</b>	<b>Expression des résultats .....</b>	<b>6</b>
8.1	Mode de calcul et formules .....	6
8.2	Répétabilité.....	7
<b>9</b>	<b>Points critiques et Note sur la procedure.....</b>	<b>7</b>
<b>10</b>	<b>Rapport d'essai .....</b>	<b>7</b>
<b>11</b>	<b>Enregistrement des Révisions .....</b>	<b>8</b>
<b>12</b>	<b>Annexe.....</b>	<b>8</b>

# Détermination des acides organiques et sucres solubles dans les produits céréaliers fermentés

SOP Number: **Chem-ExtPlantes-14-fr**

Date : **23/05/2011**

Version : **1**

## 1 DOMAINE ET APPLICATION

La méthode décrite permet l'extraction à température ambiante et le dosage des acides organiques et des sucres dans les végétaux, en particulier les produits fermentés préalablement lyophilisés, séchés ou ne contenant que leur humidité résiduelle par chromatographie haute performance. Elle permet aussi d'évaluer le taux d'alcool (éthanol et méthanol)

## 2 REFERENCES

MESTRES, C ROUAU, X. **1997**. Influence of natural fermentation and drying conditions on the physicochemical characteristics of cassava starch. *Journal of the science of food and agriculture* **74**, pp. 147-155.

## 3 DEFINITIONS

Un acide organique est un composé organique avec des propriétés acides : les acides organiques les plus courants sont les acides carboxyliques, dont l'acidité est liée à un groupement carboxyl  $-COOH$ . Les acides organiques rencontrés dans les produits céréaliers fermentés sont en premiers lieux issus des processus fermentaires (acide lactique, acétique, propionique, butyrique, valérique), mais aussi certains acides issus de la physiologie des plantes (oxalique, citrique etc)

Les glucides, ou hydrates de carbone, sont des molécules organiques contenant un groupement carbonyle (aldéhyde ou cétone) et plusieurs groupements hydroxyle. Les sucres solubles, ou glucides solubles, des produits céréaliers fermentés sont essentiellement constitués de d'oses (monosaccharides : glucose, fructose en particulier), certains di-holosides (saccharose et maltose) et le maltotriose.

## 4 PRINCIPE

Les sucres solubles et les acides organiques sont extraits à température ambiante dans un milieu aqueux dans des conditions inhibant les enzymes et limitant leur dégradation chimique ( $pH < 3$ ). Ils sont ensuite séparés par HPLC sur colonne d'exclusion d'ionique (exemple : Aminex HPX87H-Biorad, Hercules, USA) **thermostatée** à **37°C**. Ils sont élués avec de l'acide sulfurique 5mM à un débit de 0.6 ml/min. Les sucres solubles sont quantifiés par réfractométrie et les acides organiques sont détectés par spectrophotométrie UV à 210 nm. Les différents composés sont identifiés par leur temps de rétention (par comparaison à des standards). La double détection permet de valider l'identification des composés élués : un sucre ne présentera qu'un pic en réfractométrie, le rapport relatif des aires des pics entre réfractométrie et spectrophotométrie UV à 210 nm est connu pour chacun des acides organiques. Les résultats sont exprimés en mg/g, base sèche.

# Détermination des acides organiques et sucres solubles dans les produits céréaliers fermentés

SOP Number: **Chem-ExtPlantes-14-fr**

Date : **23/05/2011**

Version : **1**

## 5 REACTIFS

- Acide sulfurique 0,5 M
- Eau ultrapure ou bi-distillée puis filtrée sur filtre 0.45 µm (**préparée le jour même**)
- Eluant acide sulfurique 5 mM : diluer 100 fois l'acide sulfurique 0.5 M avec de l'eau ultrapure. A préparer le jour même : **se conserve au maximum 48 H.**
- Les standards des sucres, acides organiques et alcool les plus couramment rencontrés sont présentés dans le tableau 1. Cette liste doit être adaptée selon la nature du produit analysé.

**Tableau 1** : Standards de sucres, acides organiques et alcool

sucres	maltose saccharose glucose fructose
acides organiques	acide oxalique acide citrique acide lactique acide acétique
Alcool	éthanol

## 6 APPAREILLAGE

- Système HPLC constitué d'un dégazeur en ligne, d'une pompe, d'un injecteur, d'un four de colonne et de deux détecteurs en série : spectrophotomètre ultra-violet, puis réfractomètre différentiel.
- Colonne exclusion d'ions pour analyse d'acides organiques et sucres : par exemple, Aminex HPX-87H colonne, 300 mm x 7,8 mm (Biorad, Hercules, USA).
- Pré-colonne de même nature .
- Boucle d'injection de 20 µL
- Tubes d'extraction/centrifugation à bouchon « caps lock » jetables de 2 mL (Ependorfou équivalent)
- Agitateur rotatif (type agitest 34050, Bioblock)
- Centrifugeuse (type Genofuge, 24 D Legallais)
- Filtres seringues (pores de 0,45 µm)

# Détermination des acides organiques et sucres solubles dans les produits céréaliers fermentés

SOP Number: **Chem-ExtPlantes-14-fr**

Date : **23/05/2011**

Version : **1**

- Seringues et vials de 1 mL
- Balance sensible au 0,1 mg
- Agitateur vortex

## 7 PROCEDURE

### 7.1 Extraction

- Préparer la solution d'extraction et d'élution ( $H_2SO_4$ , 5 mM)
- Peser 25 mg de poudre d'échantillon directement dans un tube 2 mL (selon la richesse en sucres et acides organiques du produit, cette quantité pourra être modifiée)
- Y ajouter 1 mL de la solution d'extraction et agiter vigoureusement à l'aide du Vortex
- Placer les tubes d'extraction sur l'agitateur rotatif et laisser extraire **pendant 1 h à température ambiante**
- Centrifuger le mélange à 10 000 g pendant 5 min
- Prélever environ 0,5 mL de surnageant avec une seringue et filtrer avec le filtre seringue (0,45 $\mu$ m) ; le filtrat (l'extrait) est recueilli directement dans un vial de 1 mL.
- Selon la concentration en sucres et acides organiques du matériel analysé, l'extrait peut être dilué (avec le solvant d'extraction/élution) avant analyse.

### 7.2 Réalisation de la solution des standards de sucres et acides organiques

En fonction des sucres et acides organiques attendus, il faut réaliser des injections des solutions de standards à des concentrations connues (en général entre 1 et 10 mg/ml). Ci-dessous (tableau 2) un exemple de sucres et d'acides organiques avec l'ordre d'élution et les coefficients de réponse pour les deux types de détecteurs. Plusieurs standards peuvent être injectés en mélange dès lors que leur temps de rétention diffère de 2 minutes environ. A noter que le méthanol et l'éthanol peuvent aussi être dosés par cette méthode.



# Détermination des acides organiques et sucres solubles dans les produits céréaliers fermentés

SOP Number: **Chem-ExtPlantes-14-fr**

Date : **23/05/2011**

Version : **1**

**Tableau 2** : Ordre d'élution des anions et des sucres avec un ordre de grandeur des coefficients de réponse.

Composés		TR (min)	coefficient réponse [surface /concentration mg mL <sup>-1</sup> ]	
			Réfractométrie	UV 210 nm
sucres	maltose	8	23,2	0
	saccharose	8,2	24,4	0
	glucose	9,6	24,7	0
	fructose	10,7	24,8	
Acides organiques	oxalic acid	6,6		414
	citric acid	8,4	21,6	35,3
	lactic acid	13,5	16,8	24,6
	acetic acid	15,4	11,3	17,1
alcools	méthanol		XX	0
	éthanol	22,2	9,9	0

## 7.3 Conditions chromatographiques

Phase mobile : Acid Sulfurique 5mM

Flux : 0.6 mL/min

Volume d'injection : 20 µL

Température d'élution: 35°C

Longueur d'onde : 210nm

## 8 EXPRESSION DES RESULTATS

### 8.1 Mode de calcul et formules

Identifier chaque composé sur la base de son temps de rétention, par comparaison à celui obtenu pour le standard ; ce temps ne doit pas différer de 10% pour une identification fiable. Par ailleurs, cette identification peut être confirmée en observant les profils sur les deux voies de détection (UV210 nm et réfractométrie) ; un sucre ou un alcool détecté en réfractométrie ne devra pas présenter de pic sur la voie UV210 nm au même temps de rétention.

La teneur en un composé (mg/g de l'échantillon sec) = (SRe \* F \* 100000) / (CRs \* PE \* MS)

# Détermination des acides organiques et sucres solubles dans les produits céréaliers fermentés

SOP Number: **Chem-ExtPlantes-14-fr**

Date : **23/05/2011**

Version : **1**

Où

- SRe est la surface de réponse du sucre dans l'échantillon
- F est le facteur de dilution
- CRs est le coefficient de réponse du standard : surface du pic / concentration (mg/ml)
- PE prise d'essai en mg
- MS est le pourcentage de matière sèche, exprimé en base humide

Dans le cas des acides organiques, calculer la valeur moyenne des teneurs évaluées par les deux voies de détection (UV210 nm et réfractométrie). Si la valeur calculée par l'absorption à 210 nm est beaucoup plus élevée (**plus du double**) que celle calculée en réfractométrie, cela signifie qu'un autre composé absorbant fortement en UV masque l'acide organique ; celui-ci doit être considéré comme **absent**.

## 8.2 Répétabilité

L'écart type entre des répétitions réalisées dans un court intervalle de temps ne dépassera pas 5% de la moyenne (coefficient de variation)

## 9 POINTS CRITIQUES ET NOTE SUR LA PROCEDURE

- ✓ Lors de la mise en route du système HPLC, le temps de stabilisation du réfractomètre est long (en général de plusieurs heures) ; il faut donc laisser le système **en élution** plusieurs heures avant de démarrer une séquence d'analyse, et rincer la cellule de référence du réfractomètre une à deux fois par jour (entre deux analyses) avec de l'éluant acide sulfurique 5mM. Attendre environ ¼ d'heure pour que la ligne de base se stabilise. Faire le zéro du réfractomètre.
- ✓ Bien vérifier l'identification des composés par l'observation conjointe des deux voies de détection (cf 8.1)

## 10 RAPPORT D'ESSAI

Le rapport d'essai doit indiquer la méthode utilisée et les résultats obtenus. En outre seront détaillés toute condition opératoire non indiquée dans le SOP, ou optionnelle, et les circonstances particulières qui auraient pu affecter les résultats.

Le rapport d'essai doit inclure tous les détails nécessaires à une identification précise de l'échantillon.

# Détermination des acides organiques et sucres solubles dans les produits céréaliers fermentés

SOP Number: **Chem-ExtPlantes-14-fr**

Date : 23/05/2011

Version : 1

## 11 ENREGISTREMENT DES REVISIONS

Date	Responsible person	Description of change

## 12 ANNEXE



**African Food Tradition rEvisited by Research**

**FP7 n°245025**



**Deliverable D.1.2.3.10: SOP for chemical analysis for Group 3**

**Procédure pour la détermination de la teneur en éthanol dans les fruits,  
végétaux et produits dérivés**

**SOP : Chem-ExtPlantes-15-fr**

Date de creation: 30/9/2010

Révision: 1,CISSE, 15/09/2011

Ecrit par : Laetitia MESTRES

Pour plus d'information sur ce SOP, contactez :

- Mady CISSE ([macisse73@hotmail.com](mailto:macisse73@hotmail.com)) / WP4 Leader
- ...
- 
- 

**Ce document a été approuvé par :**

Partenaire	Noms des personnes l'ayant approuvé	Date DD/MM/YY
CIRAD	Laetitia MESTRES	26/07/2010
CVG		
ENSAI	Robert NDJOUENKEU	01/10/2011
UCAD	Mady CISSE	02/10/2011

## **Table des matières**

<b>1</b>	<b>Domaine et application .....</b>	<b>3</b>
<b>2</b>	<b>Références .....</b>	<b>3</b>
<b>3</b>	<b>Définitions.....</b>	<b>3</b>
<b>4</b>	<b>Principe .....</b>	<b>3</b>
<b>5</b>	<b>Réactifs .....</b>	<b>3</b>
<b>6</b>	<b>Appareillage .....</b>	<b>4</b>
<b>7</b>	<b>Procédure.....</b>	<b>4</b>
<b>8</b>	<b>Expression des résultats .....</b>	<b>6</b>
8.1	Mode de calcul et formules .....	6
8.1.1	<i>Calculs .....</i>	<i>Erreur ! Signet non défini.</i>
8.1.2	<i>Formules.....</i>	<i>Erreur ! Signet non défini.</i>
8.2	Répétabilité.....	7
<b>9</b>	<b>Points critiques et Note sur la procedure.....</b>	<b>7</b>
<b>10</b>	<b>Rapport d'essai .....</b>	<b>7</b>
<b>11</b>	<b>Enregistrement des Révisions.....</b>	<b>8</b>
<b>12</b>	<b>Annexe .....</b>	<b>8</b>

# Détermination de la teneur en éthanol dans les fruits, végétaux et produits dérivés

## SOP : Chem-ExtPlantes-15-fr

Date de creation: 30/09/2010

Révision : 1, CISSE,15/09/2011

### 1 DOMAINE ET APPLICATION

La méthode est plus particulièrement applicable aux produits contenant moins de 5% d'éthanol. Dans le cas de produits contenant des huiles essentielles, il est nécessaire de procéder à leur élimination.

### 2 REFERENCES

Cette méthode est référencée NF V 05-107 (1970)

### 3 DEFINITIONS

On entend par éthanol, l'ensemble des produits oxydés dans les conditions de la méthode décrite.

La teneur en éthanol est exprimée en pourcentage en masse.

### 4 PRINCIPE

Séparation de l'éthanol par distillation, puis oxydation en milieu sulfurique par le dichromate de potassium. Dosage du dichromate n'ayant pas réagi, par le sulfate de fer(II) et d'ammonium, en présence d'orthophénantroline ferreuse ou de diphénylaminosulfonate de baryum comme indicateur.

### 5 REACTIFS

- Acide sulfurique concentré,  $H_2SO_4$  ( $d= 1,83$ ) ;
- Acide sulfurique dilué, solution à 500 ml par litre ;
- Hydroxyde de calcium  $Ca(OH)_2$  ; suspension obtenue en délitant 150 g d'oxyde de calcium dans un litre d'eau ;
- Dichromate de potassium  $K_2Cr_2O_7$ , solution à 45,572 g par litre ;  
1 ml de cette solution correspond à 0,01 g d'éthanol ;
- Permanganate de potassium  $KMnO_4$ , solution à 1.372 g par litre ;

# Détermination de la teneur en éthanol dans les fruits, végétaux et produits dérivés

## SOP : Chem-ExtPlantes-15-fr

Date de creation: 30/09/2010

Révision : 1, CISSE,15/09/2011

10 ml de cette solution correspond à 1 ml de solution de sulfate de fer (II) et d'ammonium ;

- 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 par litre, additionnée de 20 ml de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  ;

2 ml de cette solution correspond à 1 ml de solution de dichromate de potassium. Cette solution n'est pas stable et doit être retirée fréquemment pour contrôle

- Orthophénantroline ferreuse en solution.

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

- Acide orthophosphorique à 85% (d= 1,71).

## 6 APPAREILLAGE

- Matériel courant de laboratoire et notamment :
  - ✓ Fiole jaugées, col lisse, de 100 ml ;
  - ✓ Pipettes à un trait de 5, 10 et 20 ml ;
  - ✓ Burettes à robinet de 50 ml ;
  - ✓ Flacon de 250 ml à bouchon rodé à goulot évasé ;
  - ✓ Balance analytique.
- Appareil à distillation comprenant : un ballon de 500 ml, surmonté d'une colonne rectificatrice et d'un réfrigérant vertical, terminé par une allonge effilée, dont l'extrémité doit pouvoir plonger jusqu'au fond d'une fiole jaugé de 100 ml.
- Dispositif permettant de chauffer sans pyrogéner, même légèrement, les matières extractibles dans le ballon.

## 7 PROCEDURE

### 7.1. Préparation de l'échantillon

#### 7.1.1. Produits liquides (jus, produits pulpeux, sirops)

Rendre l'échantillon bien homogène.

# Détermination de la teneur en éthanol dans les fruits, végétaux et produits dérivés

## SOP : Chem-ExtPlantes-15-fr

Date de creation: 30/09/2010

Révision : 1, CISSE,15/09/2011

### 7.1.2. Produits épais ou solides (marmelades, confitures, fruits, légumes)

Homogénéiser la totalité de l'échantillon en prenant soin d'éviter une élévation de température du produit, et prélever une quantité suffisante pour faire deux dosages parallèles.

### 7.2. PRISE D'ESSAI

Peser, à 0,01 g près, une masse de l'échantillon préparé, ou prélever un volume, tel que la quantité d'éthanol recueillie dans 100 ml de distillat soit inférieure à 1 g.

### 7.3. DOSAGE

#### Distillation

Diluer la prise d'essai avec 50 ml d'eau distillée, et transvaser quantitativement dans le ballon à distiller, rincer le vase de pesé avec au plus 120 ml d'eau distillée, en recueillant l'eau de rinçage dans le ballon.

Rendre le produit légèrement alcalin (pH voisin de 8), à l'aide de la suspension d'Hydroxyde de Calcium (5.3). Ajouter des billes de verre ou des morceaux de porcelaine pour régulariser l'ébullition. Distiller ; recueillir le distillat dans une fiole jaugée de 100 ml, après y avoir introduit préalablement 10 ml d'eau distillée et fait plonger l'allonge jusqu'au fond.

Le distillat doit être recueilli à une température relativement basse. Si nécessaire, plonger la fiole dans l'eau fraîche.

Compléter le volume contenu dans la fiole jaugée avec de l'eau distillée jusqu'au trait repère.

#### Oxydation

Dans le flacon de 250 ml à col rodé, verser 20 ml (V1) exactement mesuré de la solution de dichromate (5.4.), puis 20 ml d'acide sulfurique dilué (5.2.), et agiter.

Ajouter 10 ml (V0) de distillat exactement mesuré. Boucher le flacon en mouillant le bouchon rodé avec une goutte d'acide sulfurique (5.1.). Agiter et attendre ensuite au minimum 30 minutes en agiter de temps en temps.

Le mélange obtenu ne doit en aucun cas prendre la coloration verte du cation chrome, ce qui indiquerait une teneur trop forte en éthanol de la prise d'essai. Si un tel cas se produisait, recommencer l'oxydation ( ou même la distillation), en prélevant un volume de distillat ( ou une prise d'essai) moins importante, et en tenir compte dans les calculs.

#### Titration

Titrer l'excès de dichromate au moyen de la solution de sulfate de fer(II) et d'ammonium (5.6). L'excès de dichromate doit être au moins égal à 20% de la quantité utilisée pour l'essai à blanc

Agiter le flacon après chaque addition.



# Détermination de la teneur en éthanol dans les fruits, végétaux et produits dérivés

## SOP : Chem-ExtPlantes-15-fr

Date de creation: 30/09/2010

Révision : 1, CISSE,15/09/2011

Lorsque la coloration vire au bleu-vert, ajouter 4 gouttes de réactif d'orthophénantroline (5.7).

Le diphénylaminosulfonate de baryum peut également être utilisé comme indicateur (voir paragraphe 7.5.2).

Arrêter l'addition de sulfate de fer (II) et d'ammonium (5.6) lorsque le milieu passe du bleu-vert au marron. Si on dépasse le virage, revenir au virage précis par addition à l'aide de la burette de la solution de permanganate (5.5). Retrancher alors du volume de solution ferreuse (5.6) utilisé, le 1/10 du volume de la solution de permanganate (5.5) ajouté. Le volume obtenu (V2) représente le volume exact de la solution (5.6) correspondant à l'excès de dichromate n'ayant pas réagi.

### 7.4. Essai à blanc

Faire un essai à blanc dans les mêmes conditions que pour le titrage en remplaçant le volume V0 de distillat par le même volume d'eau distillée. Soit V3 le volume de solution de fer (II) et d'ammonium (5.6) utilisé.

### 7.5. Remarques

7.5.1. si la prise d'essai contient trop peu d'éthanol, on peut utiliser une plus petite quantité de solution de dichromate de potassium (5.4), soit 10 ou 5 ml de cette solution, complétée à 20 ml avec 10 ou 5 ml d'eau distillée, suivant le cas. En tenir compte lors des calculs.

7.5.2. On peut aussi effectuer le titrage de l'excès de dichromate de potassium par la solution de sulfate de fer (II) et d'ammonium (5.6) en présence de :

- 1 ml d'acide orthophosphorique (5.9) ;
- 1 ml de solution de diphénylaminosulfonate de baryum (5.8).

## 8 EXPRESSION DES RESULTATS

### 8.1 Mode de calcul et formules

#### 8.1.1. Produits épais ou solides

La teneur en éthanol, exprimée en grammes par 100 grammes de prise d'essai, est égal à :

$$0,01V1 \frac{(V3 - V2)}{V3} \times \frac{100}{V0} \times \frac{100}{PE}$$

Où :

PE est la masse en gramme de la prise d'essai ;

V0 est le volume, en millilitre, de distillat prélevé pour effectuer le titrage ;

# Détermination de la teneur en éthanol dans les fruits, végétaux et produits dérivés

## SOP : Chem-ExtPlantes-15-fr

Date de creation: 30/09/2010

Révision : 1, CISSE,15/09/2011

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

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

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

### 8.1.2. Produits liquides

La teneur en éthanol, exprimée en grammes par 100 millilitres de prise d'essai, est égal à :

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

Où :

V est le volume, en millilitre, de la prise d'essai.

Prendre comme résultat la moyenne arithmétique des déterminations, si les conditions de répétabilité sont remplies. Donner le résultat avec deux chiffres significatifs.

## 8.2 Répétabilité

La différence entre deux résultats de deux dosages effectués simultanément ou rapidement l'un après l'autre, par le même analyste, ne doit pas excéder 0,5% en valeur relative.

## 9 POINTS CRITIQUES ET NOTE SUR LA PROCEDURE

### 10 RAPPORT D'ESSAI

Le rapport d'essai doit indiquer la méthode utilisée et les résultats obtenus. En outre seront détaillés toute condition opératoire non indiquée dans le SOP, ou optionnelle, et les circonstances particulières qui auraient pu affecter les résultats.

# Détermination de la teneur en éthanol dans les fruits, végétaux et produits dérivés

## SOP : Chem-ExtPlantes-15-fr

Date de creation: 30/09/2010

Révision : 1, CISSE,15/09/2011

Le rapport d'essai doit inclure tous les détails nécessaires à une identification précise de l'échantillon.

### 11 ENREGISTREMENT DES REVISIONS

Date	Personne responsable	Description de la modification

### 12 ANNEXE

# Détermination de la teneur en éthanol dans les fruits, végétaux et produits dérivés

## SOP : Chem-ExtPlantes-15-fr

Date de creation: 30/09/2010

Révision : 1, CISSE,15/09/2011