

---

# Application Bulletin

---

D'intérêt pour: Fabrication de pâtes alimentaires, denrées alimentaires

A F 7

---

## Méthodes titrimétriques pour l'analyse chimique des pâtes alimentaires

---

### Résumé

La qualité des pâtes alimentaires aux oeufs est surtout déterminée par leur teneur en oeuf. La teneur en eau cependant joue aussi un rôle important parce qu'elle influence la conservabilité du produit. Le degré d'acidité, lui, en cas de valeurs trop élevées, indique une acidification indésirable au cours de la fabrication ou du séchage des pâtes. La teneur en chlorure permet de constater une éventuelle addition de sel de cuisine.

---

### Préparation de l'échantillon

L'échantillon est finement broyé dans un broyeur de laboratoire (si possible sous réfrigération). Pour la détermination de la teneur en eau, il est particulièrement important que l'échantillon ne soit pas trop échauffé parce que ceci pourrait avoir pour conséquence une perte d'eau.

---

### 1. Détermination de la teneur en eau

#### Appareils et accessoires

- Titrino KF 701, Titrino KFS 720, Titrino KFD 758 ou Titrino KFP 784
- Poste de titrage 703
- Unité interchangeable 6.3014.223
- Vase de titrage 6.1418.220 avec manteau thermostatique
- Éventuellement imprimante avec câble d'imprimante
- Thermostat de laboratoire

---

#### Réactifs

- Réactif de titrage: p.ex. Hydranal Composite 5 (Riedel-de Haën) ou un autre réactif Karl Fischer approprié
- Mélange de solvants: méthanol : formamide = 2 : 1 (taux des volumes)

---

**Analyse**

Placer 30 mL de mélange de solvants dans le vase de titrage, chauffer à 50 °C et titrer jusqu'à ce que la solution soit conditionnée. Ajouter ensuite, à l'aide de la cuillère à pesée, environ 0,5 g de l'échantillon finement broyé et titrer la teneur en eau également à 50 °C. Échanger le mélange de solvants après chaque détermination.

---

**Remarques**

- L'addition de formamide et le fait de travailler à 50 °C favorisent l'extraction de l'eau de l'échantillon en poudre et permettent, de cette façon, de réduire le temps d'analyse.
- Les valeurs obtenues pour la détermination de la teneur en eau utilisant une étuve à 130 °C sont trop élevées, car des constituants organiques de l'échantillon sont détruits pendant le processus de séchage (fort brunissement de l'échantillon).
- La teneur en eau ne doit pas dépasser 12%, car autrement la conservabilité des pâtes n'est plus garantie (les pâtes moisissent).

---

**2. Détermination du degré d'acidité****Appareils et accessoires**

- Titrino SET/MET 702, Titrino DMS 716, Titrino GP 736, Titrino GPD 751 ou Titrino DMP 785
- Agitateur magnétique 2.728.0040
- Unité interchangeable 6.3014.223
- LL électrode de verre pH combinée 6.0222.100 avec câble d'électrode 6.2104.020

---

**Réactifs**

- Réactif de titrage:  $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/L}$
- Solution de chlorure de calcium:  
Dissoudre 149 g de  $\text{CaCl}_2 \cdot 6 \text{ H}_2\text{O}$  dans 100 mL d'eau distillée et ajuster la valeur pH à 8,3 avec NaOH.

---

**Analyse**

Broyer 10 g de l'échantillon finement broyé dans une coupe en porcelaine pendant 3 min avec 20 mL d'eau distillée. Rincer le mélange ensuite dans un bécher en verre avec 80 mL d'eau distillée chaude et refroidir immédiatement à température ambiante. Après addition de 1 mL de solution de  $\text{CaCl}_2$ , titrer avec  $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/L}$  à  $\text{pH} = 8,3$  utilisant le mode SET.

---

**Calcul**

Pour une prise d'échantillon d'exactly 10 g, 1 mL de  $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/L}$  correspond à 1 degré d'acidité. Le résultat est donné avec une décimale.

degré d'acidité = EP1 (en mL)

---

**Remarques**

- Le  $\text{CaCl}_2$  est ajouté pour combiner chimiquement les phosphates présents dans l'échantillon.
- Un degré d'acidité allant jusqu'à 8 peut être considéré comme valeur normale pour les pâtes alimentaires aux oeufs. Des degrés d'acidité plus élevés indiquent que les pâtes sont vieilles ou qu'une acidification indésirable a été lieu au cours de la fabrication ou du séchage.

---

**3. Détermination de la teneur en chlorure de sodium****Appareils et accessoires**

- Titrino SET/MET 702, Titrino DMS 716, Titrino GP 736, Titrino GPD 751 ou Titrino DMP 785
- Agitateur magnétique 2.728.0040
- Unité interchangeable 6.3014.223
- Titrode Ag 6.0430.100 recouverte d'une couche d' $\text{Ag}_2\text{S}$

---

**Réactifs**

- Réactif de titrage:  $c(\text{AgNO}_3) = 0,1 \text{ mol/L}$
- Acide nitrique,  $c(\text{HNO}_3) = 2 \text{ mol/L}$

---

**Analyse**

Agiter 10 g de l'échantillon finement broyé avec 400 mL d'eau distillée pendant 30 min et compléter finalement à 500 mL avec de l'eau distillée. Filtrer ensuite à travers un filtre en papier ne contenant pas de chlorure. Ajouter 5 mL de  $c(\text{HNO}_3) = 2 \text{ mol/L}$  à 100 mL du filtrat (correspondant à 2 g de l'échantillon original) et titrer avec  $c(\text{AgNO}_3) = 0,1 \text{ mol/L}$ .

---

**Calcul**

1 mL de  $c(\text{AgNO}_3) = 0,1 \text{ mol/L}$  correspond à 5,8443 mg NaCl

$$\% \text{ NaCl} = \text{EP1} * \text{C01} * \text{C02} / \text{C00}$$

EP1 = consommation du réactif de titrage en mL

C00 = 2 (masse d'échantillon utilisée en g échantillon original)

C01 = 5,8443

C02 = 0,1 (facteur de conversion pour %)

---

**Remarques**

- Pour des pâtes alimentaires non salées on obtient des valeurs d'environ 0,1% NaCl.
- Si les résultats sont supérieurs à 0,3% NaCl, ceci signifie qu'une addition de sel de cuisine a été effectuée.

**Figures**

```
'pa
758 KFD Titrino      01108  758.0020
user                 Appl Lab
date 2000-01-12     time 17:18      9
KFT Ipol            AB69 1
parameters
>control parameters
  EP at U             250 mV
  dynamics            100 mV
  max.rate            max. ml/min
  min.volume incr.   min. ul
  stop crit:         drift
  stop drift          20 ul/min
>titration parameters
  pause 1             0 s
  start V:            OFF
  pause 2             0 s
  extr.time           0 s
  temperature         25.0 °C
  time interval       2 s
>stop conditions
  stop V:             abs.
  stop V              99.99 ml
  filling rate        max. ml/min
>statistics
  status:             OFF
>preselections
  display drift:      ON
  drift corr:         OFF
  req.ident:          OFF
  req.smpl size:      value
  limit smpl size:   OFF
  oven:               no
  activate pulse:     OFF
=====
```

```
'fm
758 KFD Titrino      01108  758.0020
user                 Appl Lab
date 2000-01-12     time 17:24      9
KFT Ipol            AB69 1
>calculations
w(H2O)=EP1*C01*C02/C03/C00;2;%
C00=                  0.2696
C01=                   5
C02=                  100
C03=                  1000
=====
```

**Fig. 1:** Réglage des paramètres et formule de calcul pour la détermination de la teneur en eau.

```
'pa
785 DMP Titrino     01102  785.0011
user                 th
date 2000-01-12     time 09:34      7
SET pH              AB69 2
parameters
>SET1
  EP at pH            8.30
  dynamics            2
  max.rate            10.0 ml/min
  min.rate            25.0 µl/min
  stop crit:         drift
  stop drift          20 µl/min
>SET2
  EP at pH            OFF
>titration parameters
  titr.direction:    auto
  pause 1             0 s
  start V:            OFF
  pause 2             0 s
  extr.time           0 s
  meas.input:         1
  temperature         19.8 °C
  time interval       2 s
>stop conditions
  stop V:             abs.
  stop V              99.99 ml
  filling rate        max. ml/min
>statistics
  status:             OFF
>preselections
  conditioning:       OFF
  req.ident:          OFF
  req.smpl size:      value
  limit smpl size:   OFF
  activate pulse:     OFF
=====
```

```
'fm
785 DMP Titrino     01102  785.0011
user                 th
date 2000-01-12     time 09:34      7
SET pH              AB69 2
>calculations
acidity=EP1*C01*C02/C00;1;
C00=                  10.0192
C01=                   0.1
C02=                   100
=====
```

**Fig. 2:** Réglage des paramètres et formule de calcul pour la détermination du degré d'acidité.

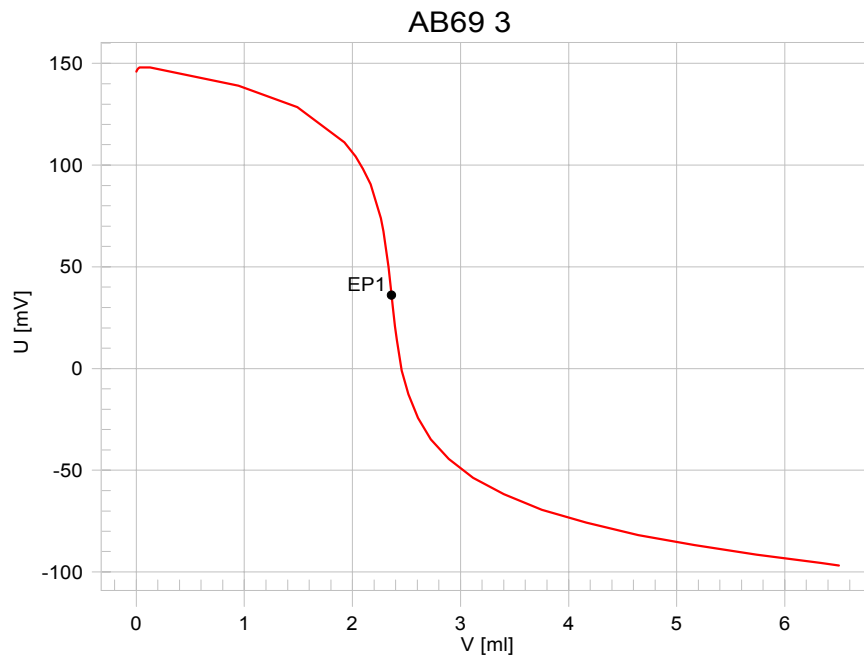
```

'pa
785 DMP Titrino          01102  785.0011
user                    th
date 2000-01-10        time 16:12      3
DET U                   AB69 3
parameters
>titration parameters
  meas.pt.density        4
  min.incr.              10.0 µl
  dos.rate               max. ml/min
  signal drift           50 mV/min
  equilibr.time          26 s
  start V:               OFF
  pause                  0 s
  meas.input:            1
  temperature            25.0 °C
>stop conditions
  stop V:                abs.
  stop V                 6.5 ml
  stop U                 OFF mV
  stop EP                 9
  filling rate           max. ml/min
>statistics
  status:                OFF
>evaluation
  EPC                    5
  EP recognition:        greatest
  fix EP1 at U           OFF mV
  pK/HNP:                OFF
>preselections
  req.ident:             OFF
  req.smpl size:         OFF
  limit smpl size:       OFF
  activate pulse:        OFF
  =====

'fm
785 DMP Titrino          01102  785.0011
user                    th
date 2000-01-10        time 16:12      3
DET U                   AB69 3
>calculations
w(NaCl)=EP1*C01*C02*C03/C04/C00;2;%
C00=                     2.0753
C01=                     0.1
C02=                     58.45
C03=                     100
C04=                     1000
  =====
    
```

**Fig. 3:** Réglage des paramètres et formule de calcul pour la détermination de la teneur en chlorure de sodium.

```
'fr
785 DMP Titrino      01102  785.0011
user                th
date 2000-01-10    time 16:12      3
card label:785 Lab1
U(init)            145 mV DET U      AB69 3
smp1 size          2.0753 g
EP1                 2.363 ml          36 mV
w(NaCl)             0.67 %
stop V reached
=====
```



**Fig. 4:** Bloc des résultats et courbe de titrage pour la détermination du chlorure de sodium dans des pâtes alimentaires.