

Procédure de contrôles d'un jus de pommes.

Vous devez effectuer une série de tests sur deux types de jus : un jus frais (en sortie de presse) et un jus pasteurisé.

Pour cela vous devez avoir à disposition une bouteille d'un jus pasteurisé et un prélèvement d'environ 500 ml de jus frais.

Les tests sont les suivants :

Analyse sensorielle

Mesure de l'acidité

Par pH métrie

Par volumétrie

Détermination de la teneur en sucre

Dosage de la vitamine C

Détermination de la teneur en calcium

Dénombrement de la flore totale.

1- Test N°1 : Analyse sensorielle.

- Deux opérateurs doivent goûter et évaluer le jus pasteurisé selon **AQ Pr PF 21**.
- Compléter la fiche de l'analyse sensorielle correspondante.

2- Test N°2 : Détermination de l'acidité totale.

2-1 : Test N°2-1 : par pH-métrie.

2-1-1 : Protocole.

A l'aide d'un pHmètre étalonné et selon **AQ Pr PF 06**, mesurer le pH du jus en sortie de presse (jus frais) et sur le jus pasteurisé.

2-1-2 : Analyse des résultats.

Le jus est conforme si le pH est compris entre 3,25 et 3,80.
Compléter la fiche de résultats.

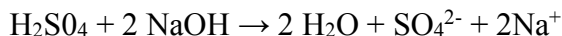
2-2 : Test N°2-2 : par volumétrie.

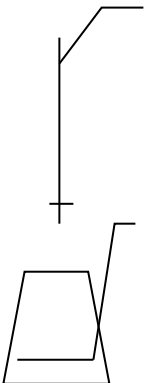
Le contrôle se fait sur le jus en sortie de presse (jus frais) et sur le jus pasteurisé.

2-2-1 : Principe :

Il s'agit de déterminer la concentration massique en H_2SO_4 du jus. On dose l'acide avec de la soude NaOH à $C_b = 0,1 \text{ mol/L}$.

Réaction chimique :



<p>A l'équivalence on a $2n_a = n_b$</p> <p>Donc $2C_a \times V_a = C_b \times V_b$</p> <p>On recherche C_a :</p> <p>$C_a = (C_b \times V_b) / 2V_a$ en mol/L</p> <p>$C^*a = C_a \times M_{H_2SO_4}$ en g/L</p> <p>$C^*a = (C_b \times V_b \times M_{H_2SO_4}) / 2V_a$</p>		<p>Burette : NaOH $C_b = 0,1 \text{ mol/L}$ $V_b = ?$ Chute de burette lue</p> <p>Jus de pommes $V_a = 10,0 \text{ mL}$ Eau distillée = 10 mL + Quelques gouttes de thymol.</p>
---	---	--

2-2-2: Matériel et produits nécessaires.

- Echantillon de jus à tester. Jus frais et jus pasteurisé.
- Solution de soude (NaOH) à $C_b = 0,1 \text{ mol/L}$.
- Le bleu de thymol qui est rose en milieu acide et devient bleu quand toute l'acidité du jus est neutralisée par la soude.
- Eau distillée.
- Une burette de 25 mL.
- Une pipette jaugée de 10 mL.
- Une éprouvette de 25 mL.
- 3 erlens de 250 mL.
- 1 propipette pour pipette de 10 mL.

2-2-3 : Protocole.

Dans chaque erlen introduire :

- 10,0 mL de jus de pommes frais mesurés à la pipette jaugée ;
- 10 mL d'eau distillée mesurés à l'éprouvette.
- Quelques gouttes de bleu de thymol.

Dans la burette introduire la solution de soude à $0,1 \text{ mol/L}$, et ajuster le zéro.

Pour chaque erlen,

- Faire couler doucement la soude dans l'erlen, en agitant constamment, jusqu'au virage au rose (léger) de l'indicateur.
- Noter le volume V_b correspondant à chaque chute de burette, et compléter la fiche de résultats

FAIRE LA MESURE TROIS FOIS.

Nettoyer les erlens, les rincer à l'eau distillée, et recommencer toutes les opérations de dosage avec du jus pasteurisé.

2-2-4 : Analyse des résultats :

- Pour chaque chute de burette V_b , calculer C'_a = concentration massique en H_2SO_4 selon la formule suivante : $C'_a = (C_b \times V_b \times M_{\text{H}_2\text{SO}_4}) / 2 V_a$.
Avec $M_{\text{H}_2\text{SO}_4} = 98,1 \text{ g/mol}$
- Compléter la fiche de résultats.
- Faire la moyenne des deux plus proches valeurs, compléter la fiche de résultats.

Le jus est conforme si la concentration massique C'_a d' H_2SO_4 est comprise entre 2,90 et 5,13 g/L.

- Compléter la fiche de résultats.
- Conclure sur la conformité du jus, compléter la fiche de résultats.

3- Test N°3 : Détermination de la teneur en sucres totaux par réfractométrie.

3-1 : Principe :

Il s'agit de déterminer la teneur en sucre par réfractométrie. Pour cela on réalise une courbe d'étalonnage grâce à des solutions de sucre dont les concentrations sont connues. A l'aide de cette courbe, et après avoir lu le degré Brix du jus de pommes, on peut déterminer le taux de sucre du jus.

3-2 : Matériel et produits nécessaires :

- Un réfractomètre numérique propre et sec.
- Eau distillée.
- Solutions de saccharose étalons à 80, 100, 120, 140, 160 et 180 g/L.
- Echantillon de jus frais.
- Echantillon de jus pasteurisé.

3-3 : Protocole.

- Nettoyer et préparer un réfractomètre numérique selon **AQ Pr Ma 29**.
- **Entre chaque lecture, le réfractomètre doit être nettoyé à l'eau distillée.**
- Faire la lecture des degrés Brix de chacune des solutions étalons de sucres suivantes : 80, 100, 120, 140, 160 et 180 g de saccharose par litre de solution.
- Relever les résultats et compléter le tableau de la fiche de résultats.
- Faire la lecture du degré Brix du jus frais. Noter le résultat et compléter la fiche de résultats.
- Faire la lecture du degré Brix du jus pasteurisé. Noter le résultat et compléter la fiche de résultats.

3-4 : Analyse des résultats.

- Tracer la courbe d'étalonnage $[\text{°Brix}] = f(\text{Concentration en saccharose en g/L})$ sur le papier millimétré.
- Reporter sur la courbe les valeurs des indices (degré brix) des jus frais et pasteurisé.
- Déduire de la courbe la valeur de la concentration des deux jus en g de saccharose par litre de jus.
- Compléter la fiche de résultats.

Le jus est conforme si la teneur en sucres totaux est comprise entre 109 et 130 g/L.

Calculer : $R = \text{Sucre totaux en g/L} / C^{\circ}a_{H_2SO_4} \text{ en g/L}$

R représente la teneur en sucre masquant l'acidité du jus et qui lui garantit ses qualités gustatives.

Le jus est conforme si R est compris entre 23,2 et 39,3.

4- Test N°4 : Dosage de la vitamine C.

La vitamine C est l'isomère L de l'acide ascorbique. C'est un acide carboxylique dérivé d'un hexose.

4-1 : Caractérisation de la vitamine C.

Dans un tube à essai, introduire :

- 2 mL de liqueur de Felhing solution A.
- 2 mL de liqueur de Felhing solution B.
- 4 mL de jus de pommes frais.

Porter à ébullition.

Observer.

Si la réaction est positive (couleur orange) réaliser le dosage, car il y a présence d'un sucre réducteur.

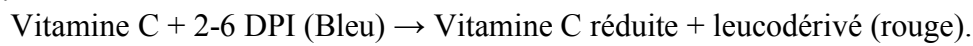
Si la réaction est négative (couleur bleue) le dosage est inutile.

Refaire le test sur le jus de pommes pasteurisé.

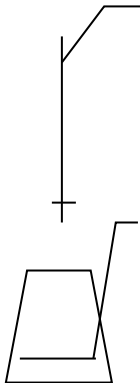
4-2 : Dosage de la vitamine C.

4-2-1 : Principe.

Il s'agit d'une réduction du 2-6 dichlorophénolindophénol (2-6 DPI), selon la réaction suivante :



Le 2-6 DPI est bleu en milieu neutre ou alcalin et rouge en milieu acide, c'est sur cette propriété qu'est basé ce dosage volumétrique.

<p>A l'équivalence on a</p> $n_{\text{vitC}} = n_{\text{DPI}}$ <p>Donc $C_{\text{vitC}} \times V_{\text{jus}} = C_{\text{DPI}} \times V_{\text{DPI}}$</p> $(C_{\text{vitC}} \times V_{\text{jus}}) / M_{\text{vitC}} = (C_{\text{DPI}} \times V_{\text{DPI}}) / M_{\text{DPI}}$ <p>On recherche C'_{vitC} :</p> $C'_{\text{vitC}} = (C_{\text{DPI}} \times V_{\text{DPI}}) / (M_{\text{DPI}} \times V_{\text{jus}})$	 <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin: 5px 0;"> <p>Burette : 2-6 DPI $C' = 0,02 \text{ g/L}$ $V_{\text{DPI}} = ?$ Chute de burette lue</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin: 5px 0;"> <p>Jus de pommes $V_{\text{jus}} = 10,0 \text{ mL}$ Eau distillée = 10 mL Acide phosphorique à 20 g/L : 10mL</p> </div>
---	---

4-2-2 : Matériel et produits nécessaires.

- Echantillon de jus à tester. Jus frais et jus pasteurisé.
- Solution mère de DPI à 0,2 g/L.
- Solution d'acide phosphorique à 20 g/L.
- Eau distillée.
- Une fiole jaugée de 100 mL.
- Une burette de 25 mL.
- 2 pipettes jaugées de 10 mL.
- 2 éprouvettes de 25 mL.
- 3 erlens de 250 mL.
- Une propipette pour pipette de 10 mL.

4-2-3 : Protocole.

a) Dilution de la solution mère de DPI.

La solution mère de DPI est à 0,2 g/L. la solution de DPI utilisée pour ce dosage doit être à 0,02 g/L. Il faut donc diluer au 1/10^{ème} la solution mère.

- Nettoyer à l'eau distillée une fiole jaugée de 100 mL.
- Introduire 10,0 mL de la solution mère de DPI à 0,2 g/L, dans la fiole jaugée, à l'aide d'une pipette jaugée de 10,0 mL.
- Compléter au trait de jauge avec de l'eau distillée.
- Agiter. On obtient une solution fille de DPI à 0,02 g/L

b) Dosages :

Dans chaque erlen introduire :

- 10,0 mL de jus de pommes frais mesurés à la pipette jaugée ;
- 10 mL d'eau distillée mesurés à l'éprouvette.
- 10 mL d'acide phosphorique à 20 g/L mesuré à l'éprouvette.

Dans la burette introduire la solution fille de 2-6 DPI à 0,02 g/L, et ajuster le zéro.

Pour chaque erlen,

- Faire couler doucement le DPI dans l'eren, en agitant constamment, jusqu'à l'apparition d'une coloration rose persistante.
- Noter le volume V_{DPI} correspondant à chaque chute de burette, et compléter la fiche de résultats

FAIRE LA MESURE TROIS FOIS.

Nettoyer les erlens, les rincer à l'eau distillée, et recommencer toutes les opérations de dosage avec du jus pasteurisé.

4-2-4 : Analyse des résultats :

- Pour chaque chute de burette V_{DPI} , calculer C'_{vitC} = concentration massique en vitamine C selon la formule suivante :

$$C'_{vitC} = (C'_{DPI} \times V_{DPI} \times M_{vitC}) / (M_{DPI} \times V_{jus})$$

Avec :

- $C'_{DPI} = 0,02$ g/L,
 - $M_{vitC} = 176$ g/mol,
 - $M_{DPI} = 259$ g/mol,
 - V_{DPI} = Volume de chute de burette de DPI en L.
 - V_{jus} = Volume de prise d'essai du jus de pommes en litre = $10 \cdot 10^{-3}$.
- Compléter la fiche de résultats.
 - Faire la moyenne des deux plus proches valeurs, compléter la fiche de résultats.
 - Calculer le titre du jus de pommes en vitamine C, sachant que 1 unité internationale de vitamine C '(U.I.) correspond à 0,05 mg d'acide ascorbique cristallisé. On en déduit le titre UI de 1 litre de jus de pommes.
 $T = C'_{vitC} / 0,05$ en UI/L de jus.
 - Compléter la fiche de résultats.

Le jus est conforme s'il contient entre 152 et 254 UI/L.

- Conclure sur la conformité du jus, compléter la fiche de résultats.

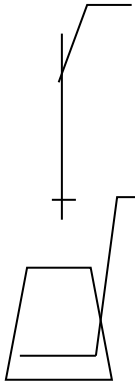
5- Test N°6 : Détermination de la teneur en calcium par complexométrie.

5-1 : Principe :

Au cours de ce dosage, on cherche à complexer le calcium du jus de pommes par un réactif de complexation : l'EDTA.

Le réactif EDTA est utilisé quantitativement. Une molécule d'EDTA complexant une molécule de calcium, ni l'ion EDTA, ni l'ion calcium, n'étant colorés, il faut donc un indicateur coloré de présence. Cet indicateur est le Patton et Reeder :

- Qui est rose s'il y a des ions calcium libres.
- Bleu/vert si tous les ions calcium ont été complexés par l'EDTA.

<p>A l'équivalence on a</p> $n_{\text{EDTA}} = n_{\text{Ca}^{2+}}$ <p>Donc $C_{\text{EDTA}} \times V_{\text{EDTA}} = C_{\text{Ca}^{2+}} \times V_{\text{jus}}$</p> <p>On recherche $C_{\text{Ca}^{2+}}$ $C_{\text{Ca}^{2+}} = (C_{\text{EDTA}} \times V_{\text{EDTA}}) / V_{\text{jus}}$ en mol/L</p> <p>On recherche $C'_{\text{Ca}^{2+}}$: $C'_{\text{Ca}^{2+}} = C_{\text{Ca}^{2+}} \times M_{\text{Ca}^{2+}}$</p>	<div style="text-align: center;">  </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-top: 10px;"> <p>Burette : EDTA $C_{\text{EDTA}} = 0,01 \text{ mol/L}$ $V_{\text{EDTA}} = ?$ Chute de burette lue</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-top: 10px;"> <p>Jus de pommes $V_{\text{jus}} = 10,0 \text{ mL}$ Eau distillée = 50 mL 2 ml de NaOH à 2M Une petite pointe de spatule de Patton et Reeder</p> </div>
--	--

5-2 : Matériel et produits nécessaires.

- Echantillon de jus à tester. Jus frais et jus pasteurisé.
- Solution mère de d'EDTA.
- Solution de NaOH à 2 M.
- Indicateur de Patton et Reeder.
- Eau distillée fraîche (vider la pissette et la remplir si nécessaire).
- Une fiole jaugée de 100 mL.
- Une burette de 25 mL.
- une pipette jaugée de 10 mL.
- une éprouvette de 50 mL.
- 3 erlens de 250 mL.
- Une propipette pour pipette de 10 mL.
- Une pipette graduée de 2 mL avec sa propipette.
- Une petite spatule.

5-3 : Protocole.

5-3-1 : Dilution de la solution mère d'EDTA.

La solution mère d'EDTA est à 0,1 mol/L. La solution d'EDTA utilisée pour ce dosage doit être à 0,01 mol/L. Il faut donc diluer au 1/10^{ème} la solution mère.

- Nettoyer à l'eau distillée une fiole jaugée de 100 mL.
- Introduire 10,0 mL de la solution mère d'EDTA à 0,1 mol/L, dans la fiole jaugée, à l'aide d'une pipette jaugée de 10,0 mL.
- Compléter au trait de jauge avec de l'eau distillée.
- Agiter. On obtient une solution fille d'EDTA à 0,01 mol/L

5-3-2 : Dosages :

Dans chaque erlen introduire :

- 10,0 mL de jus de pommes frais mesurés à la pipette jaugée ;
- 50 mL d'eau distillée mesurés à l'éprouvette.
- 2 mL de soude (NaOH) 2M mesuré à la pipette graduée avec **une propipette**.
- **Une petite pointe** de spatule d'indicateur de Patton et Reeder.

Dans la burette introduire la solution fille d'EDTA à 0,01 mol/L, et ajuster le zéro.

Pour chaque erlen,

- Faire couler doucement l'EDTA dans l'erien, en agitant constamment, jusqu'à la disparition de la coloration rose et l'apparition d'une coloration bleu-vert persistante.
- Noter le volume V_{EDTA} correspondant à chaque chute de burette, et compléter la fiche de résultats

FAIRE LA MESURE TROIS FOIS.

Nettoyer les erlens, les rincer à l'eau distillée, et recommencer toutes les opérations de dosage avec du jus pasteurisé.

5-4 : Analyse des résultats :

Pour chaque chute de burette V_{EDTA} , calculer $C_{Ca^{2+}}$ = concentration molaire en ion calcium selon la formule suivante : $C_{Ca^{2+}} = (C_{EDTA} \times V_{EDTA}) / V_{jus}$, **en mol/L**

Avec :

- $C_{EDTA} = 0,01$ mol/L,
- V_{EDTA} = Volume de chute de burette de EDTA en L.
- $V_{jus} =$ Volume de prise d'essai du jus de pommes en litre = $10 \cdot 10^{-3}$.

- Compléter la fiche de résultats.
- Faire la moyenne des deux plus proches valeurs, compléter la fiche de résultats.
- Calculer $C'_{Ca^{2+}}$ = concentration massique en ions calcium selon la formule suivante:
 $C'_{Ca^{2+}} = C_{Ca^{2+}} \times M_{Ca^{2+}}$

Avec :

- $C_{Ca^{2+}}$ = valeur moyenne de la concentration molaire en ion calcium du jus,
- $M_{Ca^{2+}}$ = Masse molaire du calcium = 40,1 g/mol.

- Compléter la fiche de résultats.

Il n'existe pas de norme pour la teneur en calcium des jus de fruits.

	Contrôles jus de Pommes	AQPr PF 22 A	Version : 3
		M.A.J. le 14/01/16	Page 10 sur 13

6- Test N°6 : Analyse bactériologique du jus de pommes pasteurisé.

- Appliquer la procédure **AQ Pr PF 05** sur le jus pasteurisé.
- Compléter la fiche de suivi bactériologique de la procédure **AQ Pr PF 05** ;
- Appliquer la norme relative au lait pasteurisé.

Rédigé par : A.Tavernier ; E.Gaspaldy ; C. Guyon Date 14/01/16	Vérifié par : Date :	Approuvé par : Date :
---	-------------------------	--------------------------

Fiche de résultats des contrôles sur le jus de pommes pasteurisé.

Opérateurs de fabrication :	Numéro lot de la fabrication testée : Jus frais : Jus pasteurisé :
--	---

Test N°	Intitulé du produit testé	Valeur trouvée	Normes	Conformité oui ou non	
2-1	Jus de pommes frais	pH =	3,25 à 3,80		
2-1	Jus de pommes pasteurisé	pH =	3,25 à 3,80		
2-2	Jus de pommes frais - erlen N°1 : Vb =	C'a =	Acidité totale Moyenne C'a = g/L	2,90 à 5,13 g/L	
		- erlen N°2 : Vb =			C'a =
		- erlen N°3 : Vb =			C'a =
2-2	Jus de pommes pasteurisé - erlen N°1 : Vb =	C'a =	Acidité totale Moyenne C'a = g/L	2,90 à 5,13 g/L	
		- erlen N°2 : Vb =			C'a =
		- erlen N°3 : Vb =			C'a =
3	Jus frais	°Brix = Sucres totaux = g/L	109 à 130 g/L		
		R =	23,2 à 39,3		
3	Jus pasteurisé	°Brix = Sucres totaux = g/L	109 à 130 g/L		
		R =	23,2 à 39,3		

Test N°	Intitulé du produit testé	Valeur trouvée			Normes	Conformité oui ou non
4	Jus de pommes frais	Teneur en vitamine C			152 et 254 UI/L	
	- erlen N°1 : V _{DPI} =	C' _{vitC} =	Moyenne C' _{vitC} = g/L	T = UI/L		
	- erlen N°2 : V _{DPI} =	C' _{vitC} =				
- erlen N°3 : V _{DPI} =	C' _{vitC} =					
4	Jus de pommes pasteurisé	Teneur en vitamine C			152 et 254 UI/L	
	- erlen N°1 : V _{DPI} =	C' _{vitC} =	Moyenne C' _{vitC} = g/L	T = UI/L		
	- erlen N°2 : V _{DPI} =	C' _{vitC} =				
- erlen N°3 : V _{DPI} =	C' _{vitC} =					
5	Jus de pommes frais	Teneur en calcium			1 à 3 mmoles/L, soit 0,04 à 0,12 g/L	-
	- erlen N°1 : V _{EDTA} =	C _{Ca2+} =	Moyenne C _{Ca2+} = mol/L	C' _{Ca2+} = g/L		
	- erlen N°2 : V _{EDTA} =	C _{Ca2+} =				
- erlen N°3 : V _{EDTA} =	C _{Ca2+} =					
5	Jus de pommes pasteurisé	Teneur en calcium			Pas de norme	-
	- erlen N°1 : V _{EDTA} =	C _{Ca2+} =	Moyenne C _{Ca2+} = mol/L	C' _{Ca2+} = g/L		
	- erlen N°2 : V _{EDTA} =	C _{Ca2+} =				
- erlen N°3 : V _{EDTA} =	C _{Ca2+} =					

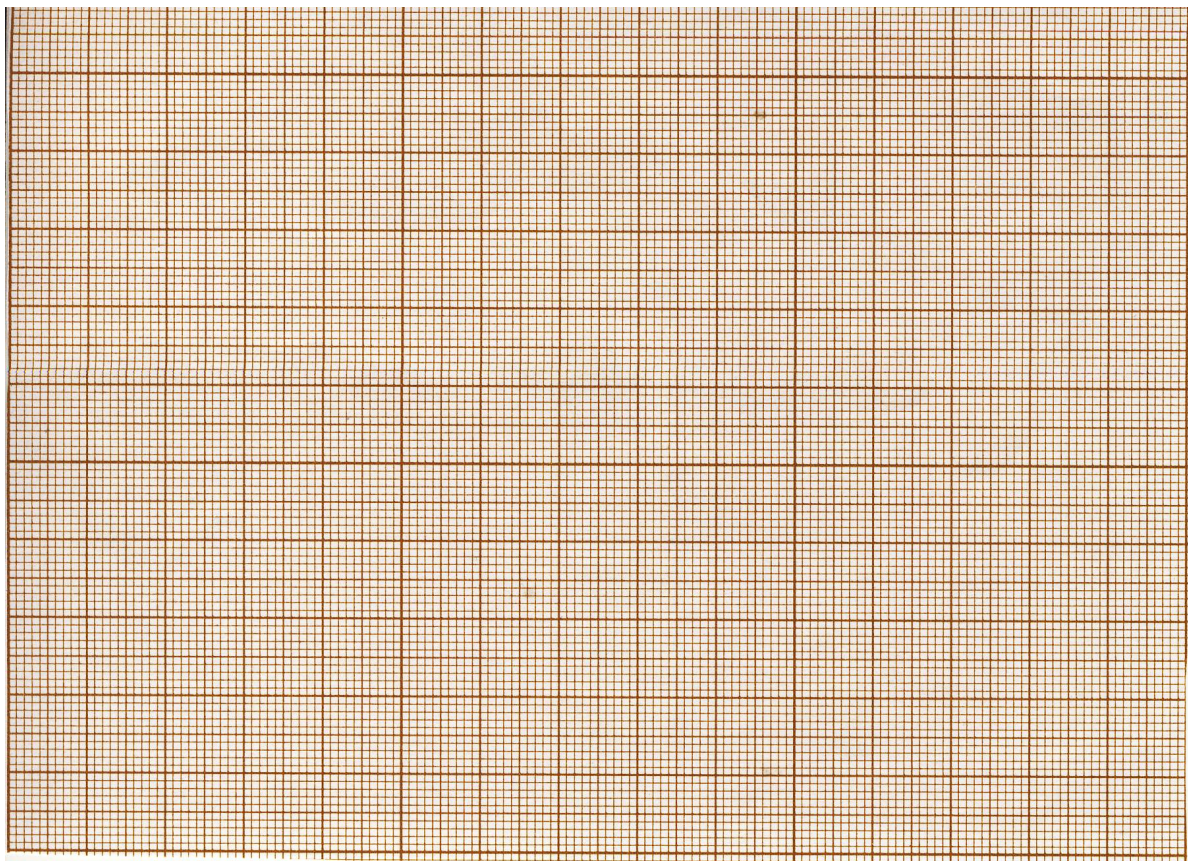
Opérateurs de fabrication :	Numéro lot de la fabrication testée : Jus frais : Jus pasteurisé :
--	---

Test N°3 : Détermination de la teneur en sucres totaux - Courbe d'étalonnage du réfractomètre.

Tableau de résultats :

Concentration en saccharose en g/L	80	100	120	140	160	180	Jus frais	Jus pasteurisé
°Brix lu

Tracé de la courbe : [°Brix] = f (Concentration en saccharose en g/L).



Valeurs lues sur la courbe :

- Concentration en saccharose du jus frais :
- Concentration en saccharose du jus pasteurisé :