

PRÉPARATION DE CREVETTES (PANDALUS BOREALIS)
CUITES DÉCORTIQUÉES EN SAUMURE

Intérêt de l'ionisation préalable des crevettes et de
l'incorporation d'acide benzoïque dans le produit fini.

J.L. VALLET, J. CORNET, C. KNOCKAERT.

Dépt. Utilisation et Valorisation des Produits
Laboratoire "Technologies de Traitement"
Centre de Nantes

1986

PRÉPARATION DE CREVETTES CUITES DÉCORTIQUÉES EN SAUMURE

Pandalus borealis

1 - ETUDE DU PRODUIT DANOIS

2 - IONISATION DE LA MATIERE PREMIERE

- essai à 1 Kgray

- essai à 1, 2 et 3 Kgray

3 - MISE AU POINT D'UNE FORMULATION AVEC ACIDE BENZOIQUE

1) - à partir de matière première ionisée à 1 Kgray

2) - à partir de matière première ionisée à 1, 2 et 3 Kgray

4 - PREPARATION DE CREVETTES EN SAUMURE SANS ACIDE BENZOIQUE

5 - INFLUENCE DE L'ACIDE SORBIQUE

6 - TECHNOLOGIE DE FABRICATION

Chaque année, plus de 400 tonnes de crevettes Pandalus borealis sont importées du Danemark, soit sous forme congelée, soit pour l'essentiel préparée en saumure.

Dans la majorité des cas, les sociétés françaises importent ces produits pour une revente directe, ou éventuellement après reconditionnement en contenants plus petits et étiquetage à leur marque.

De par la réglementation, aucune société française n'est actuellement en mesure de fabriquer de tels produits.

En effet cette préparation en saumure est une semi-conserve à entreposer au froid (+ 4°C) qui fait appel, outre à l'acide citrique, à l'acide benzoïque et parfois à l'acide sorbique pour assurer une conservation de 4 à 9 semaines.

En France l'acide benzoïque est autorisé pour la seule conservation des crevettes grises Crangon crangon mais l'acide sorbique n'est pas autorisé pour la conservation des crustacés.

D'autre part, au Danemark l'ionisation des crevettes surgelées est autorisée. C'est un atout supplémentaire pour la conservation de tels produits.

Cette étude a pour objet de vérifier le bien fondé de l'utilisation de l'acide benzoïque pour assurer la conservation des crevettes en saumure.

Une série d'essai sera également menée sur des produits ionisés afin de juger de l'intérêt d'un tel traitement pour la fabrication de crevettes en saumure.

L'espèce retenue pour cette étude est Pandalus borealis, néanmoins il serait souhaitable que d'autres espèces, notamment les crevettes africaines puissent bénéficier de cette technologie.



Fig. 1 - Etiquetage du produit danois.

1-2.3. Evaluation organoleptique

Les constatations suivantes ont été faites :

- 5 semaines : une saveur très acide mais également la saveur spécifique de crevette. La texture est ferme ;

- 9 semaines : la saveur très acide demeure et la saveur spécifique a disparu. La texture est devenue très ferme.

En conclusion, ce produit danois possédant une très bonne aptitude à la conservation est cependant non conforme à la législation française, par utilisation de l'acide sorbique et du benzoate de sodium.

Des essais préliminaires ne mettant en jeu que des conservateurs chimiques^à diverses concentrations n'ayant pas donné les résultats visés, nous ont conduit à penser que ce produit avait pu subir d'autres traitements.

Parmi ceux possibles, nous avons choisi l'ionisation. C'est ainsi que les essais décrits ci-après ont été réalisés à partir de matière première ionisée, toujours en comparaison avec un témoin.

2 - IONISATION DE LA MATIERE PREMIERE

Dans le domaine agroalimentaire l'ionisation est une technique de décontamination et d'assainissement qui connaît un développement important.

Déjà autorisé au Danemark, l'ionisation des crevettes congelées vient d'être admise en France par le Conseil Supérieur de l'hygiène et devrait donc être prochainement officialisée par la parution d'un texte réglementaire.

Dans le cadre de nos essais nous avons testé ce traitement sur des crevettes décortiquées congelées cuites.

2-1. Technique d'ionisation

Les crevettes cuites congelées décortiquées ont été ionisées par faisceau d'électrons accélérés aux doses de 1, 2 et 3 Kgray.

Le traitement a été effectué au laboratoire CARIC à Orsay.

Avant ionisation, les crevettes congelées ont été conditionnées sous vide en plaques monocouches de 300 g, l'accélérateur utilisé ayant une limite de pénétration de rayonnement d'environ 2,5 cm, pour des produits de densité voisine de 1.

Pour des produits d'épaisseur comprise entre 2,5 et 5 cm il est nécessaire d'appliquer un traitement "double face".

La durée du traitement des produits étant très courte (de 3 à 4 mn), ces derniers n'ont pas le temps de décongeler.

2-2. Première série d'essais : ionisation à 1 Kgray

Nous disposons de 3 lots d'origine différente : les lots A et B avaient trois mois d'entreposage congelé alors que le lot C avait 9 mois d'entreposage.

Tableau 3 : composition chimique initiale

Lot	A	B	C
PH	7,60	7,58	7,55
NaCl g % g	0,83	1,03	2,18
Eau g % g	79,25	77,19	78,21
ABVT mg % g	2,73	2,84	18,81
Protéines g % g	20,50	20,37	18,12
ABVT/Azote g % g	0,083	0,087	0,649
Acide citrique mg % g	5	6,5	18
Acide benzoïque mg % g	Absence	Absence	Absence

Tableau 4 : effet de l'ionisation sur la contamination

	Avant ionisation			Après ionisation		
	A	B	C	A	B	C
Aérobies /g	$2,0 \times 10^4$	$8,0 \times 10^3$	$1,5 \times 10^3$	$5,5 \times 10^3$	$3,0 \times 10^3$	$3,5 \times 10^1$
Coliformes totaux /g	> 50	≥1 et <50	Absence	Absence	Absence	Absence
Coliformes fécaux /g	> 50	Absence	Absence	Absence	Absence	Absence
Anaérobies S R /g	Absence	Absence	Absence	Absence	Absence	Absence
Staphylocoques pathogènes /g	> 5	≥1 et <5	Absence	≥1 et <5	Absence	Absence

L'ionisation a permis de réduire notablement la contamination totale.

Par contre, pour le lot A les staphylocoques pathogènes n'ont pas été totalement détruits.

Le meilleur résultat a été obtenu pour le lot C où le stockage congelé de 9 mois avait déjà permis une diminution de la flore bactérienne. La contamination aérobie totale a été, dans ce cas, réduite de 98,8 %.

En revanche la contamination des lots A et B reste élevée.

2-3. Seconde série d'essais : ionisation à 1, 2 et 3 Kgray

Cet essai a été réalisé à partir d'un même lot de crevettes cuites décortiquées congelées, ayant 3 mois d'entreposage.

Conditionnées comme précédemment, ces crevettes ont été ionisées à 1, 2 et 3 Kgray.

Tableau 5 : évolution de la flore aérobie totale

	Contamination aérobie totale
Témoin non ionisé	$7,2 \cdot 10^3$ germes/g
ionisé 1 Kgray	$5,2 \cdot 10^2$ germes/g
" 2 Kgray	$4,3 \cdot 10^2$ germes/g
" 3 Kgray	$6,2 \cdot 10^1$ germes/g

On note l'absence, dans tous les échantillons, de Coliformes fécaux et totaux, de germes anaérobies sulfite réducteur, et de staphylocoques pathogènes.

Nous constatons que les doses de 1 et 2 Kgray donnent sensiblement le même taux de réduction, supérieur à 90 %.

La dose de 3 Kgray a permis une réduction de plus de 99 % des germes aérobies totaux.

L'évolution des caractères organoleptiques peut se résumer de la façon suivante :

- témoin non ionisé : saveur de crevette spécifique faible, texture normale
- ionisé 1 Kgray : caractéristiques semblables au témoin
- ionisé 2 Kgray : saveur anormale non spécifique
- ionisé 3 Kgray : saveur anormale identique à l'échantillon 2 Kgray mais accentuée la rendant désagréable.

L'ionisation introduit une modification sensible des caractéristiques organoleptiques, dont l'intensité est proportionnelle à la dose appliquée.

Pour 2 et 3 Kgray ces modifications pénalisent le produit. Il serait donc souhaitable de ne pas aller au-delà de 1,5 Kgray. Cette valeur est d'ailleurs proposée dans les publications danoises.

3 - PREPARATION DE CREVETTES EN SAUMURE AVEC ACIDE BENZOIQUE

Différents essais ont été menés afin de définir les concentrations optimum en additif, nécessaires à la bonne conservation du produit sans en altérer les qualités organoleptiques.

Nous avons retenu pour la saumure de couverture :

1 % d'acide citrique
0,4 % de benzoate de sodium

3-1. Essai comparatif à partir de crevettes non ionisées et ionisées à 1 Kgray

3-1.1. Matière première

Nous avons utilisé des crevettes cuites décortiquées congelées.

Composition chimique initiale :

- pH	7,58
- NaCl g % g	1,03
- eau g % g	77,2
- Protéines g % g	20,4
- ABVT mg % g	2,84
- Acide citrique mg % g	6,5
- Acide benzoïque mg % g	absence

Une partie du lot congelé, après conditionnement en plaque sous vide, a été ionisée à 1 Kgray.

3-1.2. Composition de la saumure

Les crevettes utilisées étant peu salées, la concentration en sel de la couverture a été renforcée.

D'autre part les différents résultats obtenus lors de la mise au point organoleptique du produit fini nous ont conduit à sucrer la saumure à 1 % afin de compenser l'acidité due à l'acide citrique.

Composition :

- eau	91,6 %
- sel	6 %
- sucre	1 %
- acide citrique	1 %
- benzoate de sodium	0,4 %

Le remplissage des pots a été fait dans les proportions suivantes :

- chair 150 g
- saumure 75 ml

Les échantillons ont été entreposés à + 4°C . Le suivi analytique a été fait pendant 6 semaines.

3-1.3. Commentaires des résultats analytiques

a) Résultats analyses chimiques

Les différentes valeurs sont regroupées sur le tableau 6. Les pH sont voisins pour les 2 lots au cours des 6 semaines. Ils sont cependant supérieurs à ceux trouvés dans les échantillons DANOIS (environ 5,5).

Lors de l'entreposage la teneur en eau des crevettes diminue de 1 % pour les deux lots du fait des échanges avec la saumure. La concentration initiale de la saumure est convenable pour obtenir une concentration de 2,2 % dans la chair. Il est à noter que la pénétration du sel est rapide et dès la fin de la 1ère semaine les échanges semblent terminés.

Semaine		Lot témoin						Lot ionisé à 1 Kgray					
		1	2	3	4	5	6	1	2	3	4	5	6
pH	C	5,89	5,80	5,65	5,72	5,72	5,79	5,79	5,79	5,68	5,86	5,66	5,55
	Jus	5,89	5,83	5,72	5,73	5,76	5,85	5,77	5,86	5,75	5,88	5,71	5,59
Eau g % g		77,7	76,6	76,5	76,6	77,0	76,7	77,1	76,6	77,1	76,4	76,2	76,3
NaCl g % g	C	2,20	2,12	2,27	2,21	2,17	2,24	2,28	2,21	2,18	2,26	2,24	2,21
	Jus	3,14	3,34	2,98	2,78	2,82	2,73	3,19	3,18	2,76	2,92	2,80	2,72
ABVT mg % g		2,23	2,49	3,46	4,56	10,24	22,52	2,59	2,42	2,77	2,90	5,46	7,88
Protéines g % g		18,6	19,5	19,9	19,8	19,0	19,5	18,9	19,6	19,7	19,7	19,5	19,9
ABVT/NT g % g		0,075	0,080	0,109	0,144	0,337	0,724	0,085	0,077	0,088	0,092	0,175	0,248
Acide citrique mg % g	C	284	274	274	248	217	244	275	311	264	263	212	223
	Jus	378	356	326	339	211	201	369	325	312	375	234	228
Acide benzoïque mg % g	C	105	98	95	100	109	109	95	105	101	101	110	104
	Jus	96	82					99	72				

Tableau 6.- "Influence de l'ionisation" Résultats des analyses chimiques

Le dosage de l'azote basique volatil total (ABVT) (fig. 2) met en évidence une différence importante entre les deux lots de crevettes. Dans le lot ionisé, la production d'ABVT est stabilisée jusqu'à la 4ème semaine et n'atteint que 7,9 mg % g au bout de 6 semaines ce qui est une valeur très faible, le témoin atteignant 22,5 mg % g au bout du même laps de temps.

Les dosages d'acide citrique montrent une pénétration rapide dans la chair et la teneur devient stable dès la fin de la 1ère semaine pour ensuite diminuer en fin de conservation tant dans la chair que dans la saumure, il pourrait s'agir d'un phénomène lié au développement bactérien produisant des dérivés basiques.

L'acide benzoïque pénètre également très rapidement dans la chair pour se stabiliser à une concentration de 0,1 % dès la fin de la première semaine.

Il est à noter que le dosage de l'acide benzoïque par entraînement à la vapeur a été abandonné au profit de l'extraction par l'isooctane (cf. annexe) plus précise et plus rapide, les deux méthodes ayant été intercalibrées.

b) Résultats bactériologiques

Les résultats sont regroupés sur le tableau 7. L'ionisation a permis de réduire d'environ 97 % la contamination initiale en germes aérobies totaux.

Si l'on compare l'évolution de la flore aérobie totale des 2 lots au cours de l'entreposage à + 4°C (figure 3), il apparaît que le nombre de germes est multiplié par 10 chaque semaine.

Les courbes de croissance ont une pente sensiblement identique et la différence de contamination due à l'ionisation est maintenue tout au long des 6 semaines d'essai.

Fig. 2 - Evolution de la teneur en ABVT

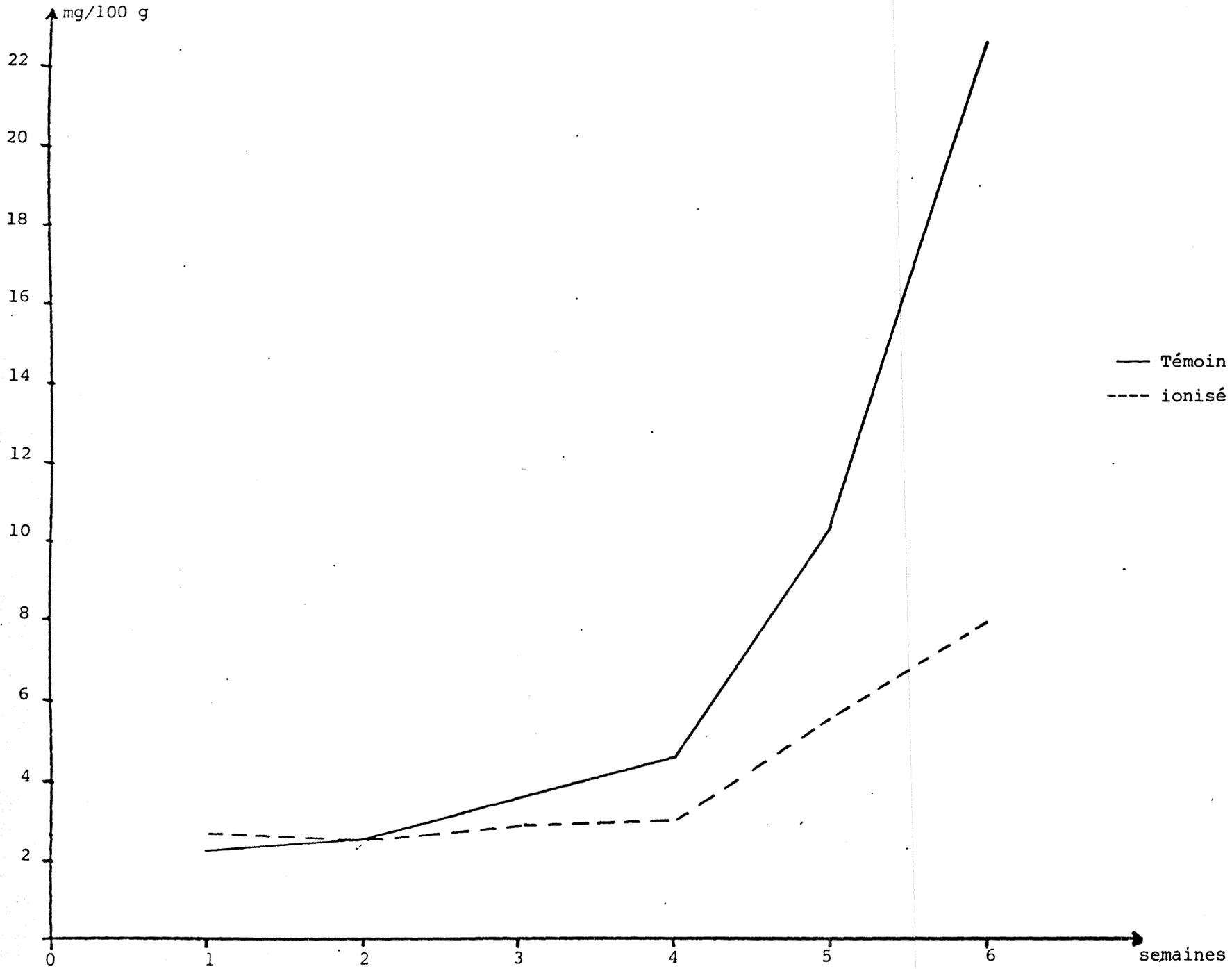
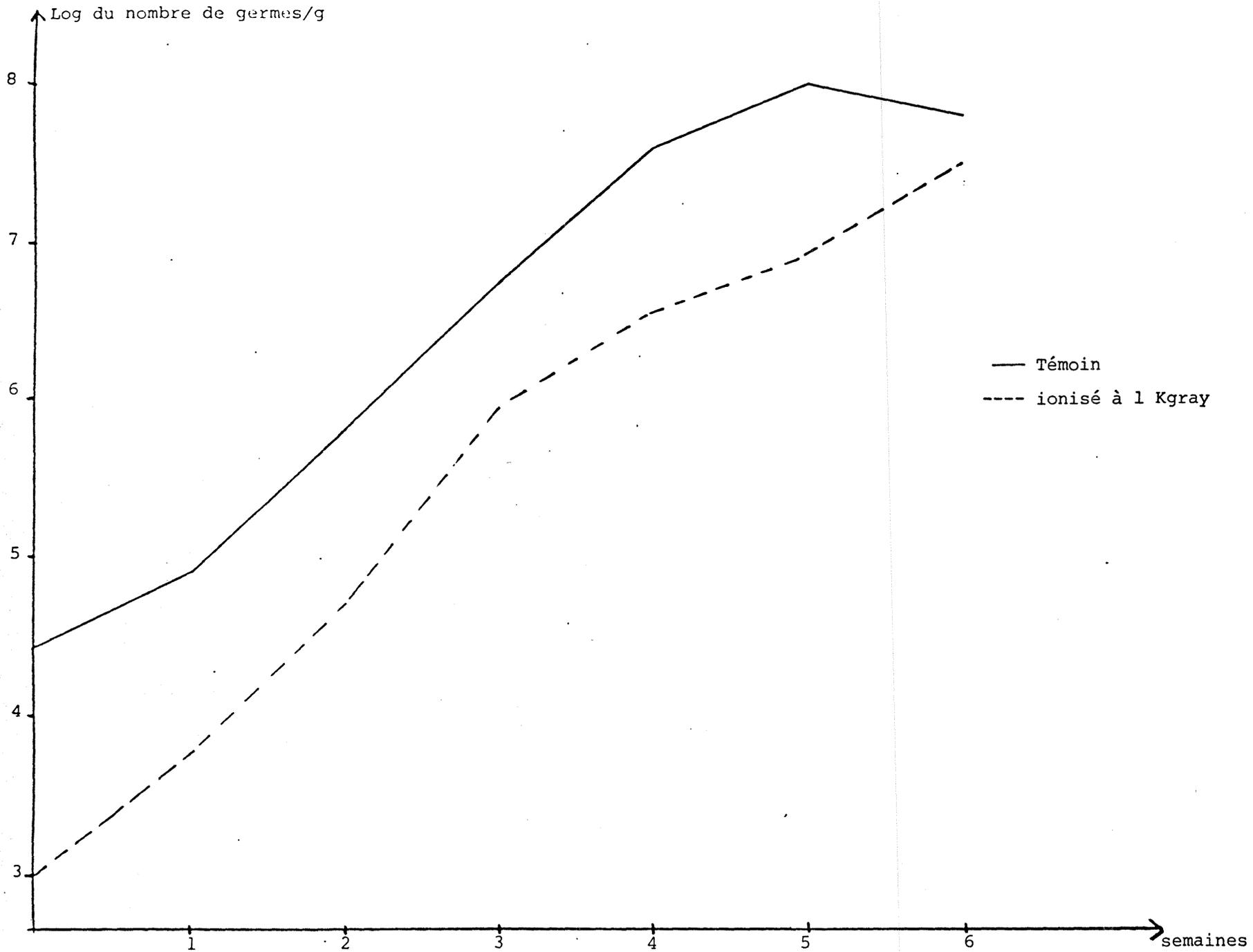


Fig. 3 - Evolution de la flore aerobie totale



Semaine	Lot témoin							Lot ionisé 1 Kgray						
	T0	1	2	3	4	5	6	T0	1	2	3	4	5	6
Aérobie/g	$3,0 \times 10^4$	$8,5 \times 10^4$	$6,5 \times 10^5$	$5,5 \times 10^4$	$4,0 \times 10^7$	$1,0 \times 10^8$	$6,5 \times 10^7$	$1,0 \times 10^3$	$6,0 \times 10^3$	$5,5 \times 10^4$	$9,5 \times 10^5$	$3,5 \times 10^4$	$7,5 \times 10^4$	$3,0 \times 10^7$
Coliformes/g	>50	$\geq 1 - < 50$	abs	$\geq 1 - < 50$	abs	abs	abs	>50	$\geq 1 - < 50$	abs	$\geq 1 - < 50$	abs	abs	abs
Coliformes fécaux / g	$\geq 1 - < 50$	$\geq 1 - < 50$	abs	$\geq 1 - < 50$	abs	abs	abs	abs	abs	abs	abs	abs	abs	abs
Staphylocoques pathogènes/g	abs	$\geq 1 - < 5$	abs	>5	$\geq 1 - < 5$	$\geq 1 - < 5$	abs	abs	abs	abs	$\geq 1 - < 5$			
Anaérobies S.R. /g	abs	abs	abs	abs	abs	abs	abs							

Tableau 7.- Résultats des analyses bactériologiques

Notons que le lot témoin atteint le seuil 10^6 germes/g après 15 jours de conservation. Ce seuil ne sera atteint qu'en fin de 3ème semaine par le lot ionisé.

Concernant la flore pathogène, il est intéressant de noter l'absence de Coliformes fécaux dans le lot ionisé et en règle générale la non prolifération des germes présents.

D'autre part le ralentissement de la formation d'ABVT dans l'échantillon ionisé est probablement à mettre en relation avec une modification de la flore, les germes responsables de l'altération pouvant être particulièrement radiosensibles.

c) Résultats du suivi organoleptique (tableau 8)

Le caractère altéré apparaît dès la 4ème semaine sur l'échantillon témoin.

En revanche, il n'apparaît qu'à la 6ème semaine pour l'échantillon ionisé. Cependant sa contamination totale devient excessive dès la 3ème semaine.

Conclusion.

Pour l'échantillon ionisé comme pour le témoin le délai de conservation est insuffisant en regard de l'objectif fixé de 5 à 6 semaines.

La qualité de la matière première congelée est très importante. Cette dernière ne devrait pas comporter plus 10^2 à 10^3 germes aérobies totaux/gramme, avoir une bonne saveur spécifique et une teneur en sel voisine de 2 %.

D'autre part, comparé à celui du produit danois, le pH de nos échantillons est trop élevé. Les essais suivants ont donc été modifiés quant au rapport crevette/saumure, passant de 2/1 à 3/2.

Tableau 8 - Résultats des tests organoleptiques

1ère semaine	Témoin : saveur peu salée, légèrement acide texture croquante
	Ionisée : saveur moins spécifique, avec arrière goût désagréable texture moins ferme
2ème semaine	Témoin : saveur non altérée texture correcte
	Ionisée : saveur pas altérée, bien salée, pas acide texture correcte
3ème semaine	Témoin : saveur salée et acide (/T, et T,) pas altérée texture sèche
	Ionisée : idem témoin
4ème semaine	Témoin : odeur désagréable, altérée + pas de dégustation jus filant
	Ionisée : saveur salée et acide texture agréable
5ème semaine	Témoin : signe d'altération + pas de dégustation
	Ionisée : odeur et saveur un peu désagréables mais pas altérées texture ferme
6ème semaine	Témoin : altérée
	Ionisée : altérée

N.B.- Les échantillons Témoin et Ionisés ont eu le même défaut durant ces essais : absence de saveur spécifique (liée à la matière première).

3-2. Essais menés à partir de crevettes ionisées à 1, 2 et 3 Kgray

3-2.1. Matière première

Pour cet essai nous avons utilisé des crevettes cuites décortiquées congelées ayant 3 mois d'entreposage.

Sur le plan organoleptique ces crevettes avaient une saveur spécifique et salée agréables.

Elles ont été divisées en 4 lots, conditionnées à l'état congelé en plaques sous vide, dont 3 ont été ionisés à respectivement 1, 2 et 3 Kgray.

Cette matière première a été ensuite décongelée dans son emballage, en air pulsé à 20°C pendant 1 heure, pour la préparation en saumure.

3-2.2. Préparation des crevettes en saumure

En tenant compte des résultats précédents la proportion chair/saumure est de 60 % de chair pour 40 % de saumure.

Composition de la saumure :

- sans sucre :	eau	96 %
	sel	3,5 %
	acide citrique	1 %
	acide benzoïque	0,4 %
- avec sucre :	eau	95 %
	sel	3,5 %
	sucres	1 %
	acide citrique	1 %
	acide benzoïque	0,4 %

Les lots sont entreposés à + 4°C durant 6 semaines. Les lots non sucrés seront analysés toutes les deux semaines. En revanche, les lots sucrés ne seront analysés qu'en fin de conservation.

3-2.3. Résultats analytiques

a) résultats chimiques

Les résultats sont regroupés dans le tableau 9. Les nouvelles proportions chair/saumure permettent cette fois d'obtenir un pH inférieur à 5,5.

Durant les 6 semaines d'entreposage l'ABVT (fig. 4) est resté faible pour tous les lots y compris ceux non ionisés.

Par rapport à l'essai précédent, ces résultats soulignent l'importance du pH, de la concentration en acide benzoïque ainsi que de la qualité de la matière première.

b) résultats bactériologiques

Les résultats bactériologiques (tableau 10) mettent en évidence l'effet positif de l'ionisation de la matière première, par une réduction notable de la contamination aérobie totale, à savoir 93 % pour les lots traités à 1 et 2 Kgray, et 99 % pour le lot traité à 3 Kgray. Cependant comme nous avons déjà pu le constater, la possibilité d'augmenter la dose d'ionisation est limitée par la modification des caractères organoleptiques.

Après 6 semaines d'entreposage à + 4°C aucun des lots ne dépasse le seuil de 10^6 germes/g pour la flore aérobie totale (fig. 5).

Pour ce qui est des germes pathogènes on constate que Coliformes totaux et fécaux, Anaérobies sulfitoréducteurs et Staphylocoques aureus sont absents dans tous les lots.

Il semble également que la présence de sucre soit responsable d'une augmentation de la contamination sur les lots ionisés à 2 et 3 Kgray.

c) résultats organoleptiques

Les résultats sont regroupés sur le tableau 11.

	10				2 semaines				4 semaines				6 semaines			6 semaines lots sucrés			
	T	1	2	3	T	1	2	3	T	1	2	3	T	1	2	1S	1S	2S	3S
eau	80,9	79,7	80,2	79,8	77,67	77,45	77,46	77,38	78,57	78,19	78,34	77,74	78,30	78,12	78,30	78,12	77,95	78,32	78,05
pH chair jus					5,29	5,47	5,49	5,45	5,35	5,54	5,32	5,45	5,41	5,47	5,29	5,29	5,44	5,29	5,40
					5,30	5,48	5,50	5,47	5,32	5,46	5,50	5,39	5,44	5,51	5,34	5,34	5,47	5,34	5,43
azote total					2,86	2,90	2,90	2,90	2,83	2,87	2,84	2,92	2,87	2,89	2,89	2,65	2,86	2,84	2,83
protéine					17,89	18,16	18,12	18,15	17,71	17,96	17,76	18,28	17,97	18,07	18,06	16,57	17,89	17,73	17,70
ABVT	5,67	10,33	6,23	6,36	4,57	4,43	5,12	4,57	4,43	4,70	4,29	4,98	5,40	5,12	4,70	4,98	4,84	4,70	3,32
ABVI/NT					0,16	0,15	0,18	0,16	0,16	0,16	0,15	0,17	0,19	0,18	0,16	0,19	0,17	0,17	0,12

Tableau 9.- Résultats chimiques .

	T 0	2 semaines	4 semaines	6 semaines
T	$7,2 \cdot 10^3$	$6,2 \cdot 10^2$	$3,0 \cdot 10^3$	$9,0 \cdot 10^5$
1	$5,2 \cdot 10^2$	$1,2 \cdot 10^2$	$3,0 \cdot 10^2$	$2,5 \cdot 10^2$
2	$4,3 \cdot 10^2$	$3,8 \cdot 10^2$	$2,1 \cdot 10^2$	$2,5 \cdot 10^1$
3	$6,2 \cdot 10^1$	$5,8 \cdot 10^2$	$1,6 \cdot 10^2$	/
T sucré				$3,5 \cdot 10^5$
1 sucré				$5,0 \cdot 10^1$
2 sucré				$1,2 \cdot 10^4$
3 sucré				$2,5 \cdot 10^4$

Numération germes aérobies totaux (germes/g)

Flores pathogènes.

Pour tous les échantillons :

anaérobies sulfito-réducteurs] absence
coliformes totaux	
fécaux	
staphylocoques aureus	

Tableau 10.- Résultats bactériologiques

Fig. 4 - Evolution de l'ABVT rapporté à l'azote totale

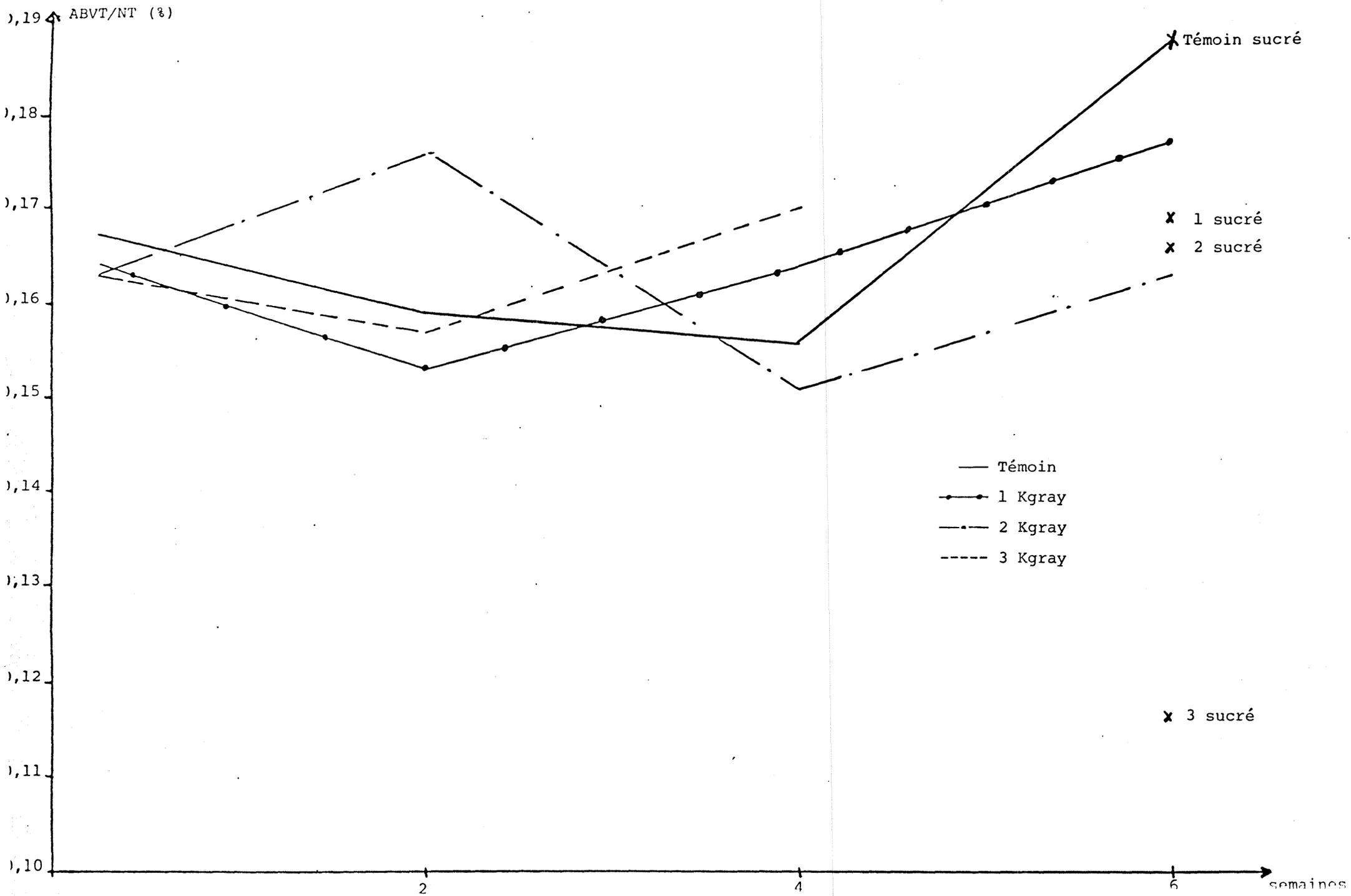
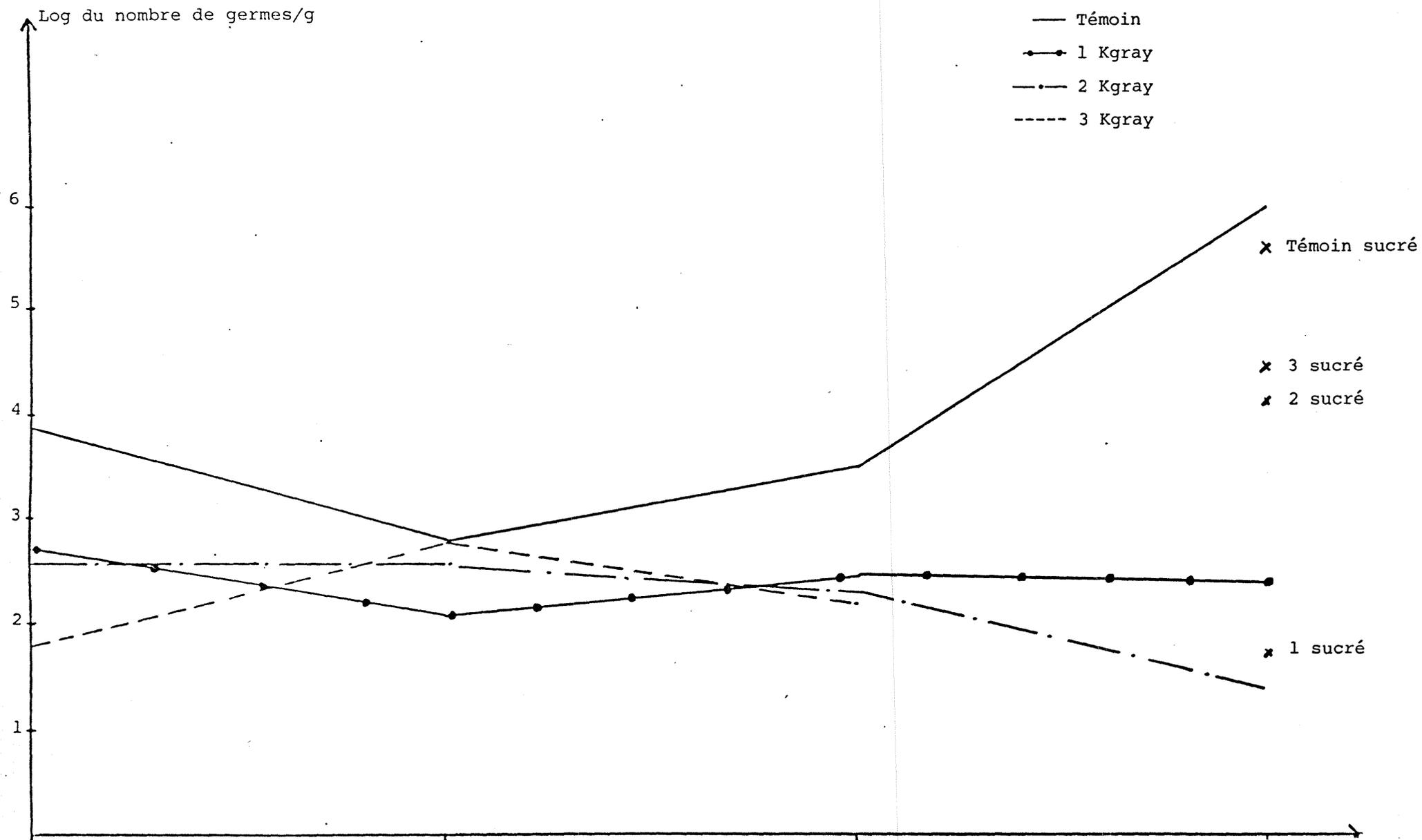


Fig. 5 - Evolution de la flore totale aerobie



- Avant ionisation : saveur de crevette spécifique, agréable
- Après ionisation (et après un mois d'entreposage à - 30°C)

Témoin : saveur de crevette faible mais bonne
 1 Kgray : ressemble au témoin
 2 Kgray : saveur "bizarre", pas de crevette
 3 Kgray : saveur désagréable

Les crevettes ionisées présentent une odeur de "champignon de Paris, très nette pour les 2 et 3 Kgray.

- Après 2 semaines :

Témoin] neutres
1 Kgray] acides
2 Kgray] neutres
3 Kgray] amères

- Après 4 semaines :

Témoin	: neutres	
1 Kgray	: mieux que témoin] texture sèche
2 Kgray	: neutre	
3 Kgray	: saveur "bizarre"	

- Après 6 semaines :

T	altérée	T sucré	altéré
1 Kgray	désagréable	1 Kgray	satisfaisant
2 Kgray	acide	2 Kgray	désagréable
3 Kgray	acide neutre	3 Kgray	désagréable

Tableau 11.- Résultats des tests organoleptiques

L'ionisation de la matière première, modifie sensiblement la saveur et la texture des crevettes. Ces modifications (qualifiées de "goût d'ion") sont d'autant plus importantes que la dose est élevée.

A 2 et 3 Kgray le produit présente un goût désagréable.

Il conviendra donc de ne pas dépasser une dose de 1,5 Kgray, le traitement à 1 Kgray paraissant satisfaisant.

Les lots non ionisés sont organoleptiquement altérés après 4 semaines d'entreposage.

Le caractère "altéré" n'apparaît pas sur les lots ionisés, néanmoins, compte tenu des modifications de saveur, seul l'échantillon sucré fabriqué à partir de matière première ionisée à 1 Kgray est satisfaisant après 6 semaines d'entreposage.

3-3. Conclusion

La synthèse de ces deux essais montre que l'utilisation conjuguée de l'acide citrique à 1 % et de l'acide benzoïque à 0,4 %, et d'un traitement préalable d'ionisation de la matière première congelée de 1 Kgray, permet d'assurer à ce produit une conservation de 6 semaines entreposé à + 4°C.

Cependant, un tel résultat ne peut être obtenu qu'avec une matière première d'excellente qualité dont la contamination aérobie totale ne semble pas devoir excéder 10^3 germes/gramme avant ionisation.

4 - PREPARATION DE CREVETTE EN SAUMURE AVEC ACIDE CITRIQUE SEUL

Afin de mieux cerner le rôle de l'acide benzoïque dans la préparation de crevettes en saumure nous avons réalisé un essai en utilisant comme seul conservateur l'acide citrique.

La fabrication a été faite à partir de crevettes décortiquées cuites congelées, en provenance d'Islande, ayant 6 mois d'entreposage.

Elles ont été décongelées en 1 heure à + 20°C. Les proportions crevettes/saumure étaient les mêmes que pour les essais précédents, soit de 60 % de chair pour 40 % de saumure.

La composition de la couverture était la suivante :

eau	94,5 %
sel	3,5 %
sucre	1 %
acide citrique	1 %

Les échantillons ont été entreposés à + 4°C et les analyses bactériologiques ont été effectuées après 1 et 2 semaines (tableau 12).

Nous constatons qu'après 2 semaines d'entreposage à + 4°C la contamination aérobie totale dépasse 10^6 germes/gramme.

Il est à noter également un développement important des streptocoques pathogènes.

Une telle préparation ne pourrait donc prétendre à plus d'une dizaine de jours de conservation, ce qui est très inférieur à notre objectif fixé à 5 semaines.

	T 0	1 semaine	2 semaines
Aérobies germes/g	$3,7 \times 10^3$	$2,5 \times 10^3$	$1,2 \times 10^4$
Coliformes	abs	abs	abs
Staphylocoques pathogènes germes/g	≥ 5	≥ 5	abs
Streptocoques pathogènes	--	≥ 50	$> 5\ 000$

Tableau 12. Analyses bactériologiques : Préparation à l'acide citrique seul.

5 - INFLUENCE DE L'ACIDE SORBIQUE

L'analyse du produit danois a mis en évidence l'utilisation de l'acide sorbique.

Nous avons réalisé un essai comparatif acide benzoïque et acide benzoïque + acide sorbique afin de vérifier l'effet sur le délai de conservation.

La matière première est constituée de crevettes cuites décortiquées congelées non ionisées.

Composition des saumures :

	I	II
eau	94,95 %	95,10 %
sel	3,5 %	3,5 %
acide citrique	1 %	1 %
acide benzoïque	0,4 %	0,4 %
acide sorbique	0,15 %	/

Le choix de la teneur en acide sorbique est issue de l'analyse du produit danois.

Le rapport chair/saumure est de 60 %/40 %. Les pots sont entreposés à + 4°C pendant 6 semaines.

5-1. Résultats analytiques

a) analyse chimique (tableau 13)

Les observations concernant la pénétration de l'acide sorbique dans la chair, sont identiques à celles faites pour l'acide citrique et benzoïque. L'équilibre est obtenu dans les deux premières semaines d'entreposage.

Crevettes surgelées non ionisées	T0	2 semaines (+ 4°C)				4 semaines (+ 4°C)				6 semaines (+ 4°C)			
		A. benzoïque		A. benzoïque + A. sorbique		A. benzoïque		A. benzoïque + A. sorbique		A. benzoïque		A. benzoïque + A. sorbique	
		chair	jus	chair	jus	chair	jus	chair	jus	chair	jus	chair	jus
pH		5,61	5,60	5,52	5,51	5,59	5,59	5,52	5,51	5,57	5,57	5,56	5,54
NaCl	2,17	2,37	3,02	2,43	3,05	2,40	3,11	2,44	3,17	2,37	2,90	2,40	2,97
Eau	76,7	77,57		77,39		75,41		74,97					
ABVT mg/100 g	8,02	5,53		4,84		4,77		4,77		4,84		5,67	
Ac. citrique						305	352	305	320	380	334	347	352
Ac. benzoïque mg/100 g		137	122	178	146	141	129	173	145	149	114	173	139
Ac. sorbique mg/100 g				69	57			62	56			57	51

Tableau 13.- Etude de l'influence de l'acide sorbique. Analyses chimiques.

Si l'on s'intéresse à l'évolution de l'ABVT on peut faire deux observations, d'une part, il n'y a pas de différence notable entre la formulation acide benzoïque seule et acide benzoïque + acide sorbique. Dans les deux cas l'association sel, pH, conservateurs remplit parfaitement le rôle d'inhibition de l'altération. D'autre part, pour tous les échantillons le taux d'ABVT reste faible.

b) Analyse bactériologique (tableau 14)

Dans les deux essais, acide benzoïque et acide benzoïque + sorbique, les courbes de croissance des germes aérobies totaux ont la même évolution avec cependant une contamination sensiblement inférieure avec l'acide sorbique. (Fig. 6)

Néanmoins, après 6 semaines d'entreposage l'échantillon avec acide benzoïque seul reste en dessous du seuil de 10^6 germes/g.

Nous observons d'autre part une chute de la contamination après les deux premières semaines d'entreposage. Ce phénomène déjà observé dans les essais précédents peut s'expliquer par le jutage à chaud des pots de crevettes. La température de la saumure (60°C) serait responsable de la destruction d'une partie des germes présents.

c) Evaluation organoleptique (tableau 15)

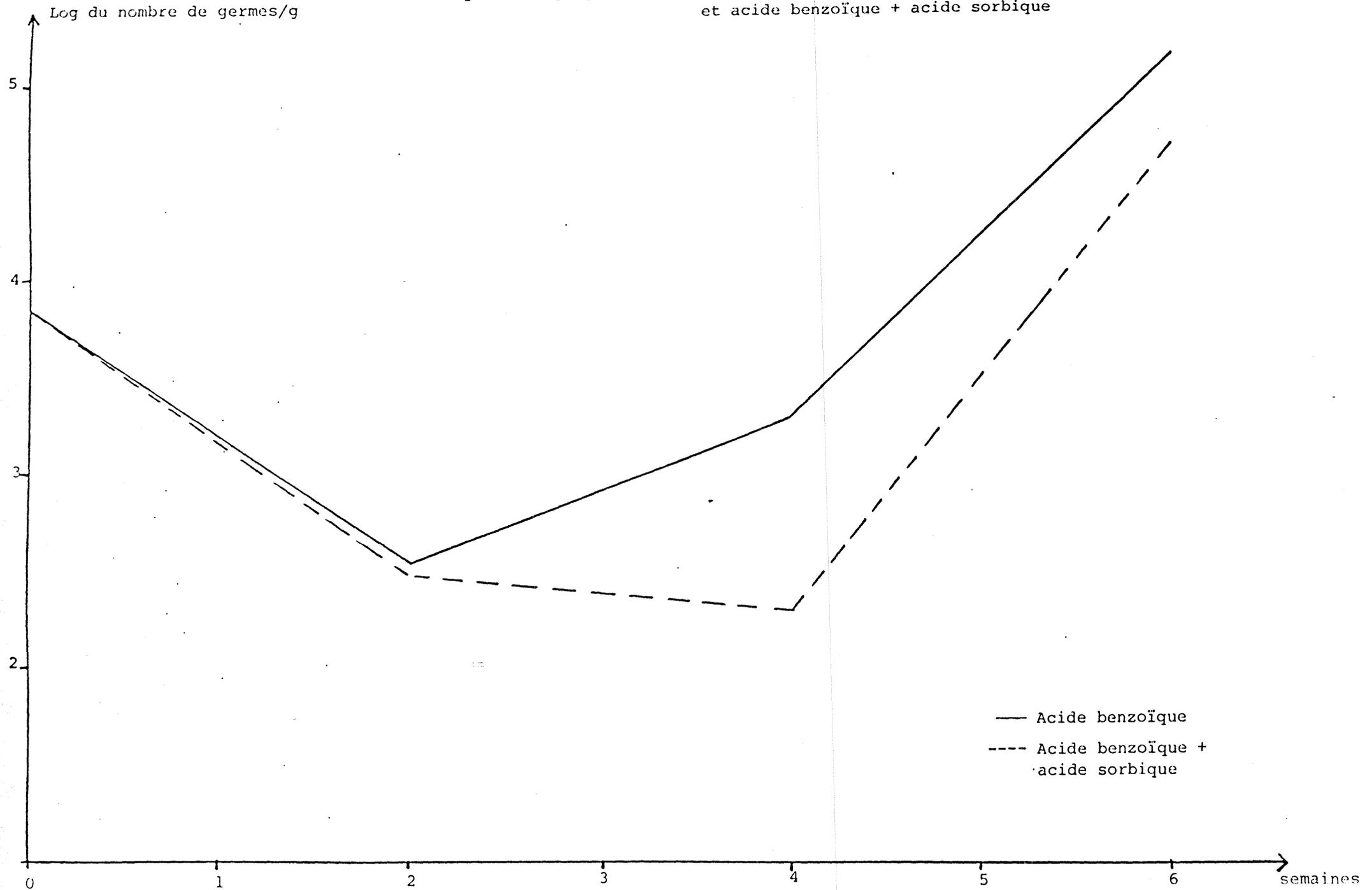
La présence d'acide sorbique modifie notablement la saveur en introduisant une note amère et salée que l'on ne retrouve pas dans l'échantillon avec acide benzoïque et acide citrique seuls.

5-2. Conclusions de l'essai

Dans le cadre de notre objectif, qui est de conserver ce produit 6 semaines, l'utilisation de l'acide sorbique n'apporte pas d'éléments positifs nouveaux.

En outre, d'un point de vue organoleptique sa présence modifie défavorablement les qualités du produit.

Fig. 6 - Croissance comparée des germes aerobies totaux
pour des préparations : avec acide benzoïque
et acide benzoïque + acide sorbique



Crevettes surgelées non ionisées	T0	2 semaines (+ 4°C)		4 semaines (+ 4°C)		6 semaines (+ 4°C)	
		A.B	A.B.+ A.S	A.B	A.B.+ A.S	A.B.	A.B.+ A.S
Aérobies germes/g	$7,00 \times 10^3$	$3,5 \times 10^2$	$3,0 \times 10^2$	$2,0 \times 10^3$	$2,0 \times 10^2$	$1,5 \times 10^5$	$5,0 \times 10^4$
Coliformes / g	≥ 1 et ≤ 5	absence	absence	absence	absence	absence	absence
Coliformes fécaux / g	absence	absence	absence	absence	absence	absence	absence
Staphylocoques pathogènes / g	≥ 1 et < 5	≥ 1 et < 5	≥ 1 < 5	absence	absence	absence	absence

Tableau 14.- Etude de l'influence de l'acide sorbique. Analyses bactériologiques.

A.B. acide benzoïque

A.S. acide sorbique

T0	saveur agréable, spécifique, un peu acide, texture ferme
T2	B : saveur agréable texture ferme
	BS : saveur agréable mais différente (+ salée) texture ferme
T4	B : saveur acide, pas altérée texture sèche
	BS : saveur acide et amère, pas altérée texture moins sèche
T6	B : saveur acide et amère, pas altérée texture sèche
	BS : saveur désagréable, amère, pas altérée texture sèche

Tableau 15. Etude de l'influence de l'acide sorbique.

Tests organoleptiques

B. acide benzoïque

BS : acide benzoïque + acide sorbique

6 - TECHNOLOGIE DE PREPARATION

A l'issue de ces différents essais il apparaît que l'acide benzoïque est indispensable pour assurer la conservation du produit, l'ionisation à 1 Kgray est souhaitable et l'acide sorbique n'est pas nécessaire.

* Caractéristique du produit fini :

- crevettes cuites décortiquées (*Pandalus borealis*) en saumure
- durée de conservation : 6 semaines à + 4°C

* Profil optimum de la matière première :

- crevettes cuites décortiquées congelées (teneur en sel ≈ 2 %)
- maximum 3 mois d'entreposage à l'état congelé
- contamination après décongélation n'excèdent pas 10^3 germes aérobies totaux par gramme

* Technologie de préparation

- ionisation de la matière première congelée à 1 Kgray
- décongélation rapide de l'ordre de 1 heure à + 20°C par exemple
- conditionnement immédiatement après décongélation
 - ° proportion de remplissage - crevettes 60 %
 - saumure 40 %
 - ° la quantité de crevette voulue est déposée dans les pots puis le jutage se fait "à refus" avec la saumure à 60°C, immédiatement après jutage les pots sont fermés et refroidis rapidement à 4°C en 1 heure au maximum. L'entreposage se fait à + 4°C.

* Composition de la saumure

- eau 94,10 %
- NaCl 3,5 % (pour une matière première non salée en mettre 6 %)
- acide citrique 1 %
- sucre 1 %
- acide benzoïque 0,4 %

* Mode de préparation de la saumure

Afin de solubiliser l'acide benzoïque (insoluble dans l'eau froide) il est nécessaire de chauffer sans agitation à environ 90°C. Pour le jutage la température sera ramenée à 60°C.

Ce procédé permet de conserver 6 semaines les crevettes en saumure à 4°C en restant en dessous du seuil de 10^6 germes aérobies totaux par gramme. Les qualités organoleptiques sont satisfaisantes.

A N N E X E

IDENTIFICATION ET DOSAGE
DE L'ACIDE SORBIQUE
ET DE L'ACIDE BENZOIQUE
DANS LES PRODUITS SUCRES
APRES EXTRACTION
PAR L'ISOOCTANE EN MILIEU ACIDE

IDENTIFICATION ET DOSAGE DE L'ACIDE SORBIQUE ET DE L'ACIDE BENZOÏQUE DANS LES PRODUITS SUCRES APRES EXTRACTION PAR L'ISOOCTANE EN MILIEU ACIDE (1)

F.M. PAILLER *, J. DUMAIN, C. BANNER
(avec la collaboration technique de F. Laussinotte).

RESUME

Les auteurs présentent une méthode d'identification et de dosage de l'acide sorbique et de l'acide benzoïque dans les produits sucrés (jus de fruits, confitures diététiques, pruneaux) par spectrophotométrie d'absorption moléculaire en U.V. après extraction par l'isooctane en milieu acide.

L'étude des critères de qualité - répétabilité, reproductibilité interlaboratoire, influence du temps de macération pour les produits soviétiques, sensibilité, interférences éventuelles, comparaison des résultats à ceux obtenus par C.G.L. et C.L.H.P. - et de l'intérêt qualitatif de la technique les conduit à la proposer comme méthode "pratique" simple et fiable de contrôle.

MOTS-CLEFS

Acide sorbique, acide benzoïque, produits sucrés, isooctane en milieu acide, spectrophotométrie U.V.

INTRODUCTION

L'acide sorbique (E200) et l'acide benzoïque (E210) ou leurs sels sont deux additifs antiseptiques et antifongiques très utilisés en alimentation humaine (7).

En France, leur emploi en association est interdit, mais il est autorisé individuellement jusqu'à des concentrations résiduelles limites bien définies (4).

Les méthodes les plus couramment employées pour le contrôle des denrées alimentaires font appel à la spectrophotométrie d'absorption moléculaire dans le visible (6) (11) ou dans l'ultra-violet (1) (10), à la chromatographie en couche mince (9) ou en phase gazeuse (2), (5) et à la chromatographie liquide haute performance (8), après isolement préalable des additifs par entraînement à la vapeur d'eau ou extraction par un solvant organique et plus récemment par passage sur colonnes de Kieselgur Extrelut (3).

Nous avons pour notre part adopté le principe de la méthode proposée par ZIEMELIS et SCHMERS (12) pour les vins blancs au contrôle des produits sucrés : jus de fruits, confitures diététiques ou non, pruneaux.

DESCRIPTION DE LA METHODE PROPOSEE

PRINCIPE

L'acide sorbique et l'acide benzoïque sont extraits par l'isooctane en milieu acide (acide phosphorique) soit directement dans le cas des produits liquides soit après mise en solution aqueuse dans le cas des échantillons solides.

(1) Communication présentée le 13 février 1985.

* Laboratoire de Biochimie alimentaire, Division Laboratoire Central (Prof. Agr. J. Laboure), S.C.E.R.C.A.T. - 1, Bd Louis Loucheur - 92211 St-Cloud.

La mesure de l'absorbance est effectuée à la longueur d'onde du maximum d'absorption déterminée après établissement du spectre entre 220 nm et 400 nm et la quantification réalisée à partir d'une courbe étalon de sorbate de potassium ou de benzoate de sodium, selon le cas, dans un milieu de composition très proche de celui du produit à examiner.

REACTIFS

- isooctane (triméthyl - 2,2,4 pentane) pur pour spectrophotométrie U.V.,
- acide orthophosphorique (85 %, d = 1,70),
- sorbate de potassium,
- benzoate de sodium,
- saccharose.

APPAREILLAGE ET VERRERIE

- verrerie courante de laboratoire et notamment : tubes cylindriques vissant de 50 ml munis d'un joint téflon,
- cuves en quartz de 10 mm de trajet optique,
- spectrophotomètre permettant des mesures d'absorbance en U.V.

MODE OPERATOIRE

1) Préparation de l'échantillon analytique : détermination de son Index Réfractométrique (I.R.)

Les échantillons liquides sont homogénéisés par agitation manuelle et les échantillons solides dans un mortier en écrasant éventuellement les fruits de façon à obtenir une purée : déterminer I.R. des préparations obtenues.

2) Mise en solution aqueuse des produits solides.

Introduire une prise d'essai (p.e.) exactement pesée d'environ 15 g dans une fiole jaugée de 200 ml; ajouter 150 ml d'eau distillée amenée à une température de + 60° C; laisser macérer pendant 2 heures en agitant manuellement tous les quarts d'heure. Refroidir et ajuster au trait de jauge. Mélanger. Filtrer sur filtre plissé.

3) Identification du conservateur présent par réalisation du spectre.

Conduire l'extraction comme il est dit au paragraphe "Dosage" et réaliser un spectre de la phase organique contre de l'isooctane pur.

Comparer les caractéristiques de celui-ci à celles du spectre obtenu à partir d'une solution aqueuse pure de sorbate de potassium ou de benzoate de sodium traitée dans les mêmes conditions.

4) Dosage

a) Préparation des solutions filles étalons nécessaires à l'établissement de la gamme d'étalonnage.

- préparer une solution aqueuse de saccharose en tenant compte des I.R. précédemment déterminés : dans le cas des produits sucrés solides, la concentration de celle-ci sera fonction de la p.e. et des dilutions opérées alors que dans le cas des produits sucrés liquides, elle sera directement déterminée par I.R. mesuré.

- solutions filles de sorbate de potassium : préparer une solution mère par dissolution de 120 mg exactement pesés de sorbate de potassium dans 100 ml de solution aqueuse de saccharose précédemment préparée. Introduire 2,5 ml, 5 ml, 10 ml de la solution mère précédente dans trois fioles jaugées de 100 ml et compléter au trait de jauge à l'aide de la solution aqueuse de saccharose. Les concentrations respectives (acide sorbique mg/l) des solutions filles ainsi obtenues sont de : 22,40; 44,80; 89,60.

- solutions filles de benzoate de sodium : préparer une solution mère en dissolvant 145 mg exactement pesés de benzoate de sodium dans 100 ml de solution aqueuse de saccharose précédemment préparée. Introduire 5 ml, 10 ml, 20 ml de la solution mère précédente dans trois fioles jaugées de 100 ml et compléter au trait de jauge à l'aide de la solution aqueuse de saccharose.

Les concentrations respectives (acide benzoïque mg/l) des solutions filles ainsi obtenues sont de : 61,42; 122,84; 245,68

b) Distribuer les réactifs (ml) selon le tableau suivant :

	B R	E 1	E 2	E 3	X
- Solution sucrée.	0,25	-	-	-	-
- Solution filée de sorbate de potassium ou de benzoate de sodium	-	0,25	0,25	0,25	-
- Filtrat (prod. solides) ou produits liquides.	-	-	-	-	0,25
- Acide o. phosphorique.	←————— 0,10 —————→				
- Isooctane.	←————— 10 —————→				

2 billes de verre

Agitation énergique pendant 2 minutes : repos 5 minutes.

Lecture aux maxima d'absorption déterminés lors de la réalisation des spectres contre de l'isooctane pur.

c) Expression des résultats

- produits liquides : lire directement sur la droite d'étalonnage la concentration en mg/l.
- produits solides : lire sur la droite d'étalonnage la concentration (mg/l) du filtrat soumis à analyse : soit x.

La concentration (mg/kg) du produit étudié s'écrit :

$$\frac{x \cdot 200 \cdot 1000}{1000 \cdot p.e.} = \frac{x \cdot 200}{p.e.}$$

CRITERES DE QUALITE

1) Repetabilité : son étude a été faite à partir de 10 dosages successifs pratiqués sur l'extractum isooctanique obtenu d'une part à partir de solutions aqueuses pures de sorbate de potassium et de benzoate de sodium à deux concentrations différentes et d'autre part à partir d'échantillons analytiques d'une crème de pruneaux et d'un jus de fruits : la moyenne \bar{X} , l'écart type E.T et le coefficient de variation C.V ont été calculés.

- Solutions aqueuses pures de sorbate de potassium et de benzoate de sodium (tableau I).

TABLEAU I

SORBATE DE K	\bar{X} mg/l	E.T mg/l	C.V %
1	32,58	1,09	3,34
2	233,23	3,95	1,69

BENZOATE DE Na	\bar{X} mg/l	E.T mg/l	C.V %
1	32,40	3,70	11,42
2	147,60	4,07	2,75

- Echantillons analytiques de crème de pruneaux (C.P.) et de jus de fruits (J.F.) (tableau II).

TABLEAU II

Nature	\bar{X}	E.T	C.V %
C.P. acide sorbique mg/kg	453	23,25	5,13
J.F. acide benzoïque mg/l	177,7	5,46	3,07

2) Reproductibilité Interlaboratoire : la variabilité des résultats interlaboratoires a été étudiée en effectuant des dosages de l'acide sorbique dans une confiture diététique (crème de pruneaux) et de l'acide benzoïque dans un jus de fruits ; sept laboratoires ont participé à ces essais. La moyenne \bar{X} 1, l'écart type E.T 1 et le coefficient de variation C.V 1 ont été calculés à partir de 23 résultats obtenus sur chaque produit, puis recalculés (\bar{X} 2, E.T 2, C.V 2) après avoir éliminé les valeurs individuelles ne correspondant pas aux limites fixées par \bar{X} 1 \pm 1 E.T 1 : 9 valeurs individuelles éliminées pour C.P. ; 8 valeurs individuelles éliminées pour J.F. (tableau III).

TABLEAU III

	$\bar{X} 1 \pm 1 E.T 1$	$\bar{X} 1 \pm 2 E.T 1$	C.V 1 %	$\bar{X} 2 \pm 1 E.T 2$	$\bar{X} 2 \pm 2 E.T 2$	C.V 2 %
C.P.	423,59 \pm 37,15 386,44 à 460,74	423,59 \pm 74,30 349,29 à 497,89	8,77	418,44 \pm 20,33 398,11 à 438,77	418,44 \pm 40,66 377,78 à 459,10	4,86
J.F.	168,61 \pm 11,07 157,54 à 179,68	168,61 \pm 22,14 146,47 à 190,75	6,57	169,37 \pm 6,04 163,33 à 175,41	169,37 \pm 12,08 157,29 à 181,45	3,57

3) Influence du temps de macération.

L'influence du temps de macération sur la concentration en acide sorbique des filtrats a été étudiée à partir d'un même échantillon analytique de pruneaux. Cinq pesées d'essai de poids voisins ont été mises à macérer dans un volume idemque d'eau amenée à + 60° C pendant des temps croissants avec agitation manuelle de 3 minutes tous les quarts d'heure. Chaque résultat consigné est la moyenne de trois déterminations (tableau IV).

TABLEAU IV

Temps de macération	1 h	1 h 30	2 h	2 h 30	3 h
Acide sorbique mg/kg	225	251	274	229	234

4) Etude des interférences éventuelles.

Les interférences éventuelles des composés suivants - acide 4 - hydroxy-benzoïque, acide cinnamique, acide citrique, acide tartrique, sulfate de quinine, caféine, acide L (+) ascorbique - ont été étudiées par comparaison des spectres réalisés entre 220 nm et 400 nm d'une part sur des solutions aqueuses pures et d'autre part sur l'extractum isooctanique obtenu en suivant le mode opératoire précédemment décrit.

Il nous a ainsi été permis de constater que :

- l'acide citrique et l'acide tartrique n'absorbent pas quel que soit le milieu ;

- l'acide 4 - hydroxycenzoïque, le sulfate de quinine et l'acide L (+) ascorbique, qui absorbent fortement en solution aqueuse avant extraction, n'absorbent pas en solution isoocanique;

- l'acide cinnamique et la caféine absorbent dans les deux cas, mais leurs absorbances respectives sont très faibles après extraction. Les absorbances n'étant cependant pas nulles à 254 nm et 229 nm, longueurs d'onde fixées pour les dosages de l'acide sorbique et de l'acide benzoïque, leur présence dans le milieu pourrait majorer la teneur évaluée de ces deux conservateurs.

Il est à noter que l'acide cinnamique n'étant jamais présent en quantité importante, l'interférence sera négligeable, mais pour la caféine il pourrait s'avérer nécessaire de déduire l'absorbance qui lui est imputable après quantification par une méthode spécifique.

5) Comparaison des résultats obtenus par chromatographie liquide haute performance (C.L.H.P.)* et chromatographie gaz - liquide (C.G.L.).

Les résultats fournis par la méthode d'extraction à l'isooctane en milieu acide ont été comparés à ceux obtenus par C.L.H.P. et par C.G.L. à partir d'échantillons analytiques d'une crème de pruneaux (C.P), de pruneaux secs (P) et d'un jus de fruits (J.F) (tableau V).

TABLEAU V

Méthodes	C.P		P			J.F
	Acide sorbique mg/kg	Acide benzoïque mg/kg	Acide sorbique mg/kg	Acide benzoïque mg/kg	Acide sorbique mg/kg	Acide benzoïque mg/l
isooctane	423,59		227,5	233,5	260	168,61
C.L.H.P.	401		235	261	262	116
C.G.L.	394		231,6	259,7	235	144

INTERET QUALITATIF : DETECTION DE L'ACIDE SORBIQUE ET DE L'ACIDE BENZOIQUE SEULS OU EN MELANGE

Il convient de souligner que la méthode proposée présente un intérêt qualitatif certain car elle permet par la réalisation d'un spectre entre 220 nm et 400 nm et l'observation de ses paramètres caractéristiques de détecter bien sûr la présence d'acide sorbique ou d'acide benzoïque seuls mais aussi en mélange.

1) Paramètres caractéristiques des spectres (figure 1) :

- acide sorbique : - λ_{max} = 254 - 255 nm
- acide benzoïque : - λ_{max} = 228 - 229 nm
- épaulement à 236 nm
- 2 pics secondaires : 280 nm et 274 nm
- acide sorbique : - suppression des 2 pics secondaires à 280 nm et 274 nm
- + - conservation du pic à 254 nm
- acide benzoïque - pics ou épaulements à 236 nm et à 229 - 230 nm selon les proportions respectives des deux composés en présence.

2) Limite de détection

L'étude de la limite de détection de l'acide sorbique nous amène à la fixer à 0,375 μ g dans la prise d'essai de 0,25 ml : ceci conduit donc à dire que la méthode d'extraction à l'isooctane permet de détecter une quantité d'acide sorbique de 20 mg/kg dans le cas d'une prise d'essai de 15 g et de 6 mg/kg pour une prise d'essai de 50 g. Dans le cas de produits liquides cette sensibilité serait de 1,5 mg/l.

Cette limite de détection apparaît deux fois plus faible que celle d'une chromatographie en couche mince conduite sur une plaque de polyamide contenant un indicateur de fluorescence F 254.

* Nous remercions Monsieur P. SUDRAUD, Directeur du Laboratoire Interrégional de Bordeaux, Direction de la Consommation, d'avoir accepté de participer à notre circuit interlaboratoire.

Quant à l'acide benzoïque, sa limite de détection dans un produit liquide peut être fixée à 20 mg/l c'est à dire à 5 μ g dans la prise d'essai de 0,25 ml.

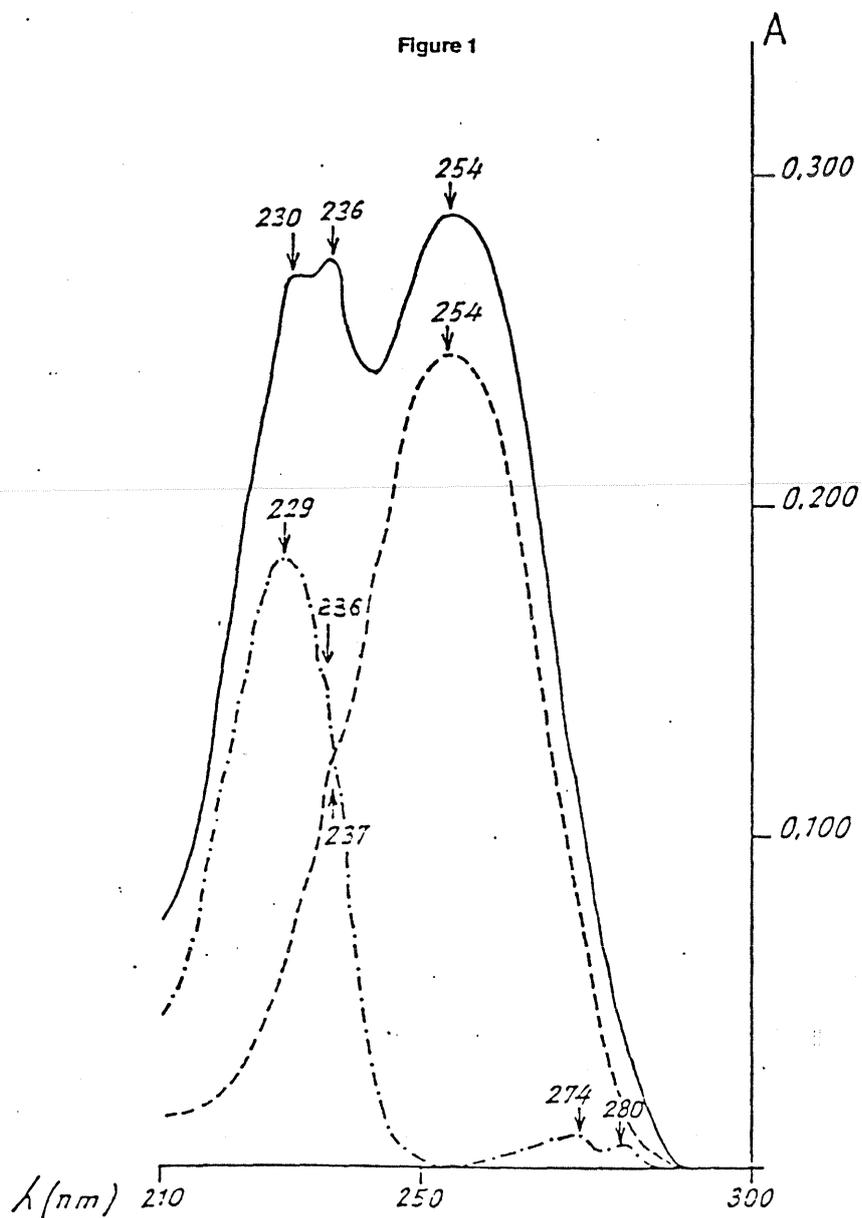
CONCLUSION

La technique d'identification et de dosage de l'acide sorbique et de l'acide benzoïque dans les produits sucrés après extraction par l'isooctane en milieu acide, devrait procurer aux industriels et aux laboratoires une méthode « pratique » simple et fiable de contrôle.

Le mode opératoire nous apparaît en effet beaucoup plus facile à mettre en œuvre que la méthode d'entraînement à la vapeur d'eau suivie d'une spectrophotométrie d'absorption moléculaire en U.V. et moins onéreuse que la réalisation d'une chromatographie liquide haute performance ou d'une chromatographie gaz - liquide.

Les critères de qualité de cette méthode semblent en outre très satisfaisants et son aspect qualitatif devrait permettre d'affirmer que l'acide sorbique et l'acide benzoïque n'existent pas ou existent en association dans une denrée alimentaire soumise à analyse.

Cette méthode nous permettra de réaliser une étude systématique des produits susceptibles de contenir de l'acide sorbique ou de l'acide benzoïque qui donnera lieu à une communication ultérieure.



Spectres de l'acide sorbique et de l'acide benzoïque en solution pure et en mélange (acide sorbique/ acide benzoïque : 50/100 mg/l).

- - - - - acide sorbique
 acide benzoïque
 ——— mélange.