



DIRECTION GÉNÉRALE DES PRODUITS DE SANTÉ ET DES ALIMENTS

OTTAWA

**DÉTERMINATION DU PH DES ALIMENTS
Y COMPRIS LES ALIMENTS DANS DES CONTENANTS SCÉLLÉS HERMÉTIQUEMENT**

**Dev C. Nundy
Section des aliments
Laboratoire d'Ottawa (Carling)
Agence canadienne d'inspection des aliments
Ottawa (Ontario) K1A 0C6**

courriel : dnundy@inspection.gc.ca

**avec Carol Crawford (ACIA, Vancouver), Donna Douey (ACIA, Calgary),
et Yvon-Louis Trottier (ACIA, St-Hyacinthe).**

1. APPLICATION

Cette méthode est conçue pour mesurer le pH équilibré des aliments, y compris les aliments qui ont subi un traitement thermique ainsi que les aliments dans d'autres contenants scellés hermétiquement. Cette méthode révisée remplace la méthode MFHPB-25H datée d'octobre 1991.

2. PRINCIPE

Cette méthode est fondée sur la détermination de la concentration d'ions d'hydrogène dans les aliments au moyen de l'immersion directe d'une électrode (combinée) dans l'aliment ou dans un échantillon de l'aliment qui a été mélangé jusqu'à obtenir une purée. Cette détermination est enregistrée en terme de pH. Les instruments modernes de mesure ainsi que la disponibilité d'une grande variété de types et de styles d'électrodes ont permis de rendre la mesure du pH simple et pratique avec un minimum d'entretien.

3. DÉFINITIONS DES TERMES

Voir l'annexe A du volume 2.

4. PRÉLÈVEMENT DES ÉCHANTILLONS

Voir l'annexe B du volume 2.

5. MATÉRIEL ET ÉQUIPEMENTS SPÉCIAUX

- 1) pH-mètre
- 2) Électrode combinée avec référence Ag/AgCl ou électrode combinée à pH semiconducteur

- 3) Tamis ou passoire
- 4) Solutions tampons, pH 3, 4, 5, 7, 10
- 5) Mélangeur de laboratoire, homogénéisateur ou mixeur
- 6) Stomacher de laboratoire
- 7) Eau distillée, récemment bouillie (sans CO₂)
- 8) Appareil à décantation ou centrifugeuse

6. PROCÉDURE

6.1 Manipulation et préparation des échantillons

- 6.1.1 Entreposer les aliments périssables dans le réfrigérateur (4 °C) jusqu'au jour de l'analyse. Entreposer les aliments non périssables, en conserve (normale ou plate) ou les aliments à basse teneur en humidité à la température ambiante. Entreposer les aliments surgelés à - 20 °C.
- 6.1.2 Les échantillons doivent être à température ambiante avant de tester le pH. Dégeler les échantillons surgelés à température de réfrigération puis les laisser atteindre la température ambiante avant l'analyse.
- 6.1.3 Pour les aliments qui se trouvent dans des contenants (tels que des conserves), suivre la procédure MFHPB-01 pour l'identification du contenant, l'enlèvement et l'identification de l'étiquette, l'ouverture du contenant et le mélange du contenu, le cas échéant.
- 6.1.4 Pour les autres types d'aliments, manipuler comme pour les autres analyses, **en gardant à l'esprit que plusieurs échantillons seront soumis à des analyses microbiologiques et qu'il faut donc les manipuler de manière appropriée**. Utiliser une technique aseptique ainsi que du matériel stérile et éviter toute contamination avec d'autres produits, le cas échéant.

6.2 Préparation des échantillons d'aliments

La quantité ou le poids de l'échantillon analysé dépendra de la quantité d'échantillon disponible. Pour les produits homogénéisés, peser une portion représentative de l'échantillon dans une quantité appropriée (environ 100 g). De plus petites quantités peuvent être utilisées lorsque la quantité disponible de l'échantillon n'est pas suffisante pour analyser 100 g.

NOTE : Le pH de la plupart des produits alimentaires ne sera pas modifié par l'ajout d'une petite quantité d'eau, mais il faut faire preuve de prudence à l'égard des aliments à faible pouvoir tampon. Lorsque l'on ajoute de l'eau à une matrice alimentaire, la quantité spécifiée (c'est-à-dire 50 ml d'eau pour 100 g de l'échantillon) constitue uniquement une ligne directrice. Utilisez le moins d'eau possible pour obtenir la consistance appropriée. Cela est particulièrement important lorsqu'il s'agit d'aliments à faible pouvoir tampon.

Certains produits alimentaires peuvent être composés d'un mélange d'éléments liquides et solides qui n'ont pas la même acidité. D'autres produits alimentaires peuvent être d'une consistance semi-solide. Les méthodes suivantes de préparation des échantillons doivent être utilisées pour l'évaluation du pH, selon le cas.

6.2.1 Solides

Mélanger l'échantillon jusqu'à ce que vous obteniez une purée et déterminer le pH. Lorsqu'il faut davantage de fluidité, ajouter une petite quantité d'eau distillée qui a été bouillie récemment afin de faciliter le mélange. Il ne faut pas ajouter plus de 50 ml d'eau distillée par 100 g de produit.

6.2.2 **Mixtures comprenant des éléments liquides et solides**

On peut analyser les mélanges de solides et de liquides soit en faisant une purée de la mixture et en mesurant directement le pH, soit en séparant les portions solides et liquides et en analysant chaque portion séparément.

Si l'on choisit de séparer les portions solides des portions liquides, égoutter le contenu du contenant à l'aide d'une passoire ou d'un tamis approprié. Pour cette procédure, des tamis standards de taille 8 à 20 sont disponibles et seront choisis en fonction de la taille des particules de l'échantillon. Conserver et analyser chaque portion séparément, en préparant la composante solide conformément au point 6.2.1.

Si la portion liquide contient suffisamment d'huile pour causer l'encrassement de l'électrode, séparer les phases au moyen d'un appareil à décantation ou d'une centrifugeuse et conserver la phase aqueuse pour la détermination du pH. La phase huileuse peut être éliminée. Consulter le point 7.4.1 au sujet de l'encrassement de l'électrode en raison d'une quantité excessive d'huile.

6.2.3 **Produits marinés dans l'huile**

Séparer l'huile du produit solide en utilisant une passoire ou un tamis approprié puis disposer de l'huile. Mélanger le solide jusqu'à en faire une purée et déterminer le pH. Lorsqu'il faut davantage de fluidité, ajouter une petite quantité d'eau distillée qui a été récemment bouillie afin de faciliter le mélange. Il ne faut pas ajouter plus de 50 ml d'eau distillée par 100 g de produit. Consulter le point 7.4.1 au sujet de l'encrassement de l'électrode causée par une quantité excessive d'huile.

6.2.4 **Produits semi-solides**

Les produits alimentaires dont la consistance est semi-solide comme les pouding, la salade de pommes de terre, etc., peuvent être mélangés au mélangeur pour obtenir une purée et déterminer le pH sur cette purée. Lorsqu'il faut davantage de fluidité, ajouter une petite quantité d'eau distillée récemment bouillie afin de faciliter le mélange. Il ne faut pas ajouter plus de 50 ml d'eau distillée par 100 g de produit.

6.2.5 **Mixtures de produits spéciaux**

Pour les mixtures de produits spéciaux comme les antipasti, égoutter l'huile, mélanger le produit restant jusqu'à obtenir la consistance d'une purée et déterminer le pH. Lorsqu'il faut davantage de fluidité, ajouter une petite quantité d'eau distillée récemment bouillie afin de faciliter le mélange. Il ne faut pas ajouter plus de 50 ml d'eau distillée par 100 g de produit. Consulter le point 7.4.1 au sujet de l'encrassement de l'électrode causé par un excès d'huile.

6.2.6 **Viandes et produits à base de viande**

Pour les produits à consistance ferme qui ne sont pas homogénéisés, effectuer un trou dans l'échantillon pour chaque point de mesure afin de pouvoir y introduire l'électrode de verre sans causer de bris. Il est également possible d'utiliser une électrode perçante pour obtenir une lecture. Si l'on souhaite maintenir l'intégrité de l'échantillon dans le but de procéder à d'autres analyses microbiologiques, ou si la consistance de l'échantillon ne permet pas d'effectuer ce genre de mesure directe, utiliser une technique appropriée de préparation des échantillons de viande énoncée ci-dessous.

6.2.6.1 Viandes et produits à base de viande autres que les viandes sèches ou fermentées

Traiter ces viandes conformément au point 6.2.1 (solides).

6.2.6.2 Viandes fermentées (saucisses sèches et semi-sèches)

Découper une portion représentative de l'échantillon et homogénéiser pour obtenir la consistance d'une purée en utilisant jusqu'à deux fois son poids en eau (1:2) et déterminer le pH. Il ne faut pas ajouter plus de 200 ml d'eau distillée par 100 g de produit.

6.2.6.3 Viandes séchées

Découper une portion représentative de l'échantillon et homogénéiser pour obtenir la consistance d'une purée en utilisant jusqu'à une fois son poids en eau (1:1) et déterminer le pH. Il ne faut pas ajouter plus de 100 ml d'eau distillée par 100 g de produit.

7. DÉTERMINATION DU PH DES ÉCHANTILLONS

7.1 Assurez-vous que l'instrument est allumé et que tous les éléments électroniques sont réchauffés avant le début du processus.

7.2 Le pH-mètre utilisé doit avoir un niveau de précision minimal de 0,1 unité de pH et son niveau de reproductibilité doit être égal ou inférieur à 0,05 unité de pH. Pour obtenir des résultats précis, une température uniforme doit être maintenue pour les électrodes, les solutions tampons standards et l'échantillon.

7.3 Standardisation de l'instrument et de l'électrode

La standardisation doit être accomplie au moyen de solutions tampons standards dont le pH est proche de l'aliment qui doit être analysé. Consulter le manuel d'opération du pH-mètre pour connaître les procédures de standardisation. Les solutions tampons doivent être à température ambiante (21 à 26 °C).

7.4 L'échantillon doit être à température ambiante (21 à 26 °C). Pour certains instruments de mesure à échelle étendue, la température de l'échantillon doit être la même que celle de la solution tampon utilisée pour la standardisation. D'autres pH-mètres disposent de contrôles de compensation de la température si l'échantillon ne se situe pas entre 21 et 26 °C. Consulter le manuel du fabricant.

7.4.1 Rincer puis essuyer l'électrode. Immerger l'électrode dans l'échantillon et prendre la lecture du pH, en accordant une minute au pH-mètre afin qu'il se stabilise (ou, avec certains modèles, lorsque l'instrument signale, soit au moyen d'un « bip » sonore soit par un autre moyen, qu'un équilibre a été atteint). Rincer avec de l'eau distillée et essuyer l'électrode. Répéter l'opération sur une nouvelle partie de l'échantillon. Il est possible que l'huile et la graisse provenant des échantillons enduisent l'électrode, alors il est conseillé de nettoyer et de standardiser l'instrument fréquemment. Lorsque des échantillons huileux causent des problèmes d'encrassement, il pourrait devenir nécessaire de rincer l'électrode avec de l'alcool éthylique à 95 %. **Effectuer la mesure selon la procédure appropriée au pH-mètre et à l'électrode utilisée. Lire le pH directement sur l'échelle ou l'afficheur digital en arrondissant à 0,05 unité de pH, dès le moment où une valeur constante est atteinte. Consigner la mesure de pH à deux décimales.**

Pour entretenir et utiliser les électrodes, consulter le manuel du fabricant.

7.5 Une électrode combinée qui mesure le pH à la surface ou dans le produit peut être utilisée pour déterminer le pH des échantillons solides ou liquides.

8. DÉTERMINATION DES RÉSULTATS DU PH

8.1 Noter toutes les mesures et les observations pour chaque échantillon représentatif. L'utilisation de tableaux récapitulatifs est recommandée.

8.2 **Mesures non destructives** (sans mélange ni homogénéisation de l'échantillon)

À chaque point testé, prendre deux mesures de pH en arrondissant à 0,05 unité de pH. Répéter la mesure à divers endroits, si approprié. Le nombre de points testés dépend de la nature et de la taille de l'échantillon.

Pour les échantillons de 10 cm² ou moins, mesurer le pH à deux endroits, en effectuant deux mesures à chaque point puis en notant la moyenne. La valeur rapportée est la moyenne des moyennes que l'on arrondit à une valeur décimale.

Pour un plus gros échantillon (plus de 10 cm²), mesurer le pH à un endroit pour chaque unité de surface de 10 cm², avec un minimum de trois points de mesure pour l'échantillon entier (deux mesures à chaque point). La valeur rapportée est la moyenne des moyennes de tous les points mesurés en arrondissant à la décimale la plus proche.

8.3 **Mesures des produits homogénéisés**

Prendre deux mesures de pH de l'échantillon bien mélangé en arrondissant à 0,05 unité de pH. La différence entre les valeurs résultant de deux mesures ne doit pas dépasser 0,15 unité de pH pour les échantillons homogénéisés. Si la différence est supérieure à 0,15 unité de pH, répéter la procédure d'homogénéisation ou de mélange et répéter la détermination du pH. Faire la moyenne des deux mesures du pH afin de déterminer le pH final en arrondissant à une valeur décimale. Ceci est la valeur rapportée. Quand plus d'un échantillon est analysé, rapporter toutes les valeurs ou l'écart des valeurs (la plus basse et la plus haute), selon le cas.

9. RÉFÉRENCES

9.1 APHA. 2001. Compendium of methods for the microbiological examination of foods, 4^e édition, F.P. Downes et K. Ito (dir.). American Public Health Association, Washington, D.C.

9.2 Fisher Scientific, Accumet Electrochemistry Handbook, Bulletin n° 2823. Pittsburg, PA, É.-U 1999.

9.3 Fisher Scientific, Electrode Handbook, 5^e édition, Pennsylvanie, É.-U.

9.4 Australian New Zealand Food Authority (ANZFA), Food Standards Code. Standard 1.6.2, disponible à l'adresse suivante :
<http://www.anzfa.gov.au/foodstandardscodecontents/standard16/standard162.cfm>

9.5 Koniecko, E.S., Handbook for Meat Analysis, 2^e édition. Avery Publishers, Group Wayne, N.J., 1979, p 103-104.

9.6 International Standards Organization (ISO). 1974. Meat and Meat Products - Measurement of pH. International Standard. ISO 2917:1974.

9.7 ISO. 1999. Meat and Meat Products - Measurement of pH. International Standard ISO 2917:1999.