
Norme internationale



5381

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION • МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ • ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

Produits d'hydrolyse de l'amidon ou de la fécula — Dosage de l'eau — Méthode Karl Fisher modifiée

Starch hydrolysis products — Determination of water content — Modified Karl Fischer method

Première édition — 1983-08-01

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 5381:1983](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4132dc66-b801-4f01-9bbc-8ccdc60a4414/iso-5381-1983)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4132dc66-b801-4f01-9bbc-8ccdc60a4414/iso-5381-1983>



CDU 664.2 : 543.812

Réf. n° : ISO 5381-1983 (F)

Descripteurs : hydrates de carbone, amidon, fécula, essai, dosage, eau, réactif de Karl Fischer, matériel d'essai.

Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique correspondant. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO, participent également aux travaux.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes internationales par le Conseil de l'ISO.

La Norme internationale ISO 5381 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 93, *Amidon (amidons, féculés), dérivés et sous-produits*, et a été soumise aux comités membres en avril 1982.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée : [ISO 5381:1983](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4132dc66-b801-4f01-9bbc-8cdc604114/iso-5381-1983)
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4132dc66-b801-4f01-9bbc-8cdc604114/iso-5381-1983>

Afrique du Sud, Rép. d'	Égypte, Rép. arabe d'	Pologne
Allemagne, R.F.	France	URSS
Canada	Pays-Bas	USA

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

Produits d'hydrolyse de l'amidon ou de la fécule — Dosage de l'eau — Méthode Karl Fischer modifiée

0 Introduction

La présente Norme internationale s'inspire de la méthode décrite dans l'ISO 760. Cependant, elle a été améliorée en effectuant le dosage directement à l'aide du solvant méthanol-formamide.

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de dosage de l'eau dans les produits d'hydrolyse de l'amidon ou de la fécule.

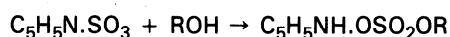
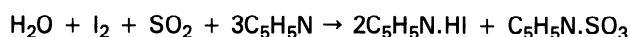
2 Référence

ISO 760, *Dosage de l'eau — Méthode de Karl Fischer (Méthode générale)*.

3 Principe

Réaction d'une solution d'iode, de dioxyde de soufre, de pyridine et de méthoxy-2 éthanol (réactif de Karl Fischer stabilisé) avec l'eau contenue dans le produit préalablement dispersé dans un mélange de méthanol et de formamide.

4 Réactions



où le radical R est le méthoxy-2 éthyl.

5 Réactifs

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau distillée ou de l'eau de

pureté équivalente; tous les solvants doivent avoir une teneur en eau inférieure à 0,1 % (*m/m*).

5.1 Réactif de Karl Fischer «stabilisé».

Le réactif stabilisé est vendu dans le commerce sous forme de solution préparée. Il est également possible de préparer le réactif au laboratoire (voir ISO 760).

5.2 Solvant méthanol-formamide.

Mélanger 700 ml de méthanol anhydre à 300 ml de formamide anhydre.

Ce réactif doit être manipulé avec précaution.

5.3 Tartrate de sodium, cristallisé ($\text{Na}_2\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$).

Ce produit est vendu dans le commerce sous forme «qualité spéciale pour Karl Fischer». Dans le cas contraire, laver le tartrate avec 10 ml du solvant méthanol-formamide (5.2) et effectuer un essai à blanc approprié.

Broyer le produit de façon à passer sans refus au tamis d'ouverture nominale de maille de 250 μm , conforme aux spécifications de l'ISO 565. La teneur en eau de cet hydrate est d'environ 15,66 % (*m/m*) et doit être vérifiée par dessiccation sous vide à 150 °C jusqu'à masse constante.

6 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et notamment

6.1 Pipette à un trait, de 20 ml de capacité, conforme aux spécifications de l'ISO/R 835.

6.2 Dispositifs, permettant l'introduction des échantillons à analyser.

6.2.1 Tube de pesée (pour les produits solides), constitué par un tube à essais d'un diamètre convenablement proportionné à son ouverture, permettant l'introduction d'échantillons et muni d'un bouchon.

6.2.2 Seringue (pour les liquides visqueux), de 10 ml de capacité, selon l'annexe A, donnée à titre d'exemple.

6.2.3 Pipettes à un trait (pour les produits liquides), de capacités appropriées.

6.3 Appareil de dosage de Karl Fischer ou appareil similaire (voir les figures en annexe B).

6.4 Balance analytique.

7 Mode opératoire

7.1 Préparation de l'appareillage

Il est nécessaire de procéder à l'étalonnage des réactifs pour chaque série quotidienne d'essais et de régler l'appareil conformément aux instructions du fabricant.

Si l'appareil est resté monté pendant plus de 24 h, il est recommandé de reverser le réactif dans le réservoir et de refaire le plein de la burette plusieurs fois avant de commencer une série de titrages.

Si le vase à réaction de l'appareil n'a pas été précédemment utilisé ou après vidange, y verser 20 ml du solvant méthanol-formamide (5.2) soit à l'aide d'une pipette munie d'une poire d'aspiration (6.1), soit à l'aide du dispositif prévu dans l'appareil utilisé.

Cette quantité devrait être suffisante pour y plonger les extrémités des électrodes en platine après avoir réglé la position de ces électrodes, de façon à ne pas gêner l'agitateur au cours de sa rotation.

Régler la vitesse de l'agitation et verser le réactif de Karl Fischer (5.1) jusqu'à ce que le point d'équivalence soit atteint et maintenu pendant une durée de 60 s (voir 7.3).

Les échantillons successifs à doser peuvent être additionnés au liquide restant dans le vase à réaction. Quand le vase est rempli, le vider par aspiration en introduisant un tube siphon par l'ouverture circulaire ménagée dans le couvercle ou par la vanne située à la base du vase.

7.2 Étalonnage du réactif de Karl Fischer

Peser, à 0,5 mg près, environ 500 à 700 mg de tartrate de sodium (5.3) (selon le type d'appareil) dans le tube de pesée (6.2.1) et l'introduire dans le vase à réaction. Peser à nouveau le tube pour déterminer la masse exacte (m_0) du tartrate de sodium introduite.

Attendre 3 min pour permettre au tartrate de sodium de se dissoudre.

Procéder alors au titrage avec le réactif de Karl Fischer (5.1) jusqu'à ce que le point d'équivalence soit de nouveau atteint comme en 7.1 (voir les notes en 7.4.3.3). Noter le volume (V_0) de réactif utilisé. Répéter la détermination jusqu'à ce que deux titrages successifs concordent à moins de 0,2 % de la moyenne.

7.3 Correction

La dispersion des échantillons et l'extraction de l'eau contenue dans les échantillons prennent du temps et la valeur du titre peut changer au cours de cette période. C'est pourquoi il est nécessaire de faire une correction tenant compte de cette altération en procédant à l'étalonnage du réactif avec le même délai.

7.4 Dosage

7.4.1 Préparation de l'échantillon pour essai

7.4.1.1 Produits liquides ou visqueux

Homogénéiser l'échantillon pour laboratoire, si nécessaire, tiédifier afin d'obtenir un mélange homogène.

7.4.1.2 Produits solides

Broyer l'échantillon pour laboratoire de façon qu'il passe sans refus au tamis d'ouverture nominale de maille de 500 μm , conforme aux spécifications de l'ISO 565.

7.4.2 Prise d'essai

7.4.2.1 Produits liquides ou visqueux

Prélever à l'aide d'une pipette (6.2.3) ou d'une seringue spéciale (6.2.2) une quantité de l'échantillon pour essai (7.4.1.1) telle qu'un volume d'environ 20 ml de réactif de Karl Fischer soit nécessaire dans le cas d'utilisation d'une burette de 25 ml, correspondant environ à 120 mg d'eau.

7.4.2.2 Produits solides

Peser à 0,1 mg près dans le tube de pesée (6.2.1), une quantité de l'échantillon pour essai (7.4.1.2) telle qu'un volume d'environ 20 ml de réactif de Karl Fischer soit nécessaire dans le cas d'utilisation d'une burette de 25 ml.

7.4.3 Titrage

7.4.3.1 Introduire la prise d'essai (7.4.2) dans le vase à réaction aussi rapidement que possible et déterminer la masse exacte ajoutée, dans le cas de produits solides ou des liquides visqueux, en pesant de nouveau le tube de pesée ou la seringue.

7.4.3.2 Mettre en route l'agitateur et agiter jusqu'à ce que l'échantillon soit complètement dispersé afin de permettre l'extraction totale de l'eau. Noter le temps nécessaire pour obtenir une bonne dispersion.

7.4.3.3 Titrer avec le réactif de Karl Fischer (5.1) comme indiqué en 7.1 jusqu'à ce que le point d'équivalence soit atteint.

NOTES

1 Le réactif de Karl Fischer est très coloré. Il est recommandé de lire les graduations de la burette au sommet de la colonne de liquide et non pas au bas du ménisque.

2 Si l'on possède un appareil automatique, la burette est remplie de façon que le fond du ménisque soit au même niveau que la graduation de la burette. Il est donc nécessaire d'ajouter 0,1 ml à chaque lecture pour en tenir compte.

7.4.4 Nombre de déterminations

Effectuer deux déterminations sur le même échantillon pour essai (7.4.1).

8 Expression des résultats

8.1 Mode de calcul et formules

8.1.1 Équivalent en eau du réactif de Karl Fischer

L'équivalent en eau du réactif de Karl Fischer, T , exprimé en milligrammes d'eau par millilitre de réactif, est donné par la formule

$$\frac{m_0 \times H}{100 \times V_0}$$

où

m_0 est la masse, en milligrammes, du tartrate de sodium (5.3) utilisé pour l'étalonnage (7.2);

H est la teneur en eau, en pourcentage en masse, du tartrate de sodium utilisé, déterminée selon 5.3;

V_0 est le volume, en millilitres, du réactif de Karl Fischer utilisé pour l'étalonnage (7.2).

8.1.2 Teneur en eau du produit

La teneur en eau, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$\frac{V \times T \times 100}{m}$$

où

V est le volume, en millilitres, du réactif de Karl Fischer utilisé pour le titrage (7.4.3);

m est la masse, en milligrammes, de la prise d'essai (7.4.2);¹⁾

T est l'équivalent en eau, exprimé en milligrammes par millilitre, du réactif de Karl Fischer, déterminé selon 8.1.1.

Prendre comme résultat la moyenne arithmétique des deux déterminations si les conditions de répétabilité (voir 8.2) sont remplies.

8.2 Répétabilité

La différence entre les résultats de deux déterminations, effectuées simultanément ou rapidement l'une après l'autre sur le même échantillon, par le même analyste, ne doit pas dépasser :

- 0,05 pour des teneurs en eau inférieures à 1 % (m/m);
- 0,1 pour des teneurs en eau comprises entre 1 et 10 % (m/m);
- 0,15 pour des teneurs en eau comprises entre 10 et 20 % (m/m);
- 0,2 pour des teneurs en eau supérieures à 20 % (m/m).

9 Procès-verbal d'essai

Le procès-verbal d'essai doit indiquer la méthode utilisée et les résultats obtenus, en précisant clairement le mode d'expression utilisé. Il doit, en outre, mentionner tous les détails opératoires non prévus dans la présente Norme internationale, ou facultatifs, ainsi que les incidents éventuels susceptibles d'avoir agi sur les résultats.

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

1) Pour les produits liquides, cette masse est égale au volume de l'échantillon prélevé à la pipette multiplié par sa masse volumique.

Annexe A

Seringue spéciale pour l'addition d'échantillons se présentant sous forme de liquides visqueux et son mode d'emploi

A.1 Méthode de construction (voir figure 1)

Prendre une seringue ayant une capacité nominale de 10 ml et l'amputer du bout existant par coupage.

À l'aide d'une roue à meuler de forme conique, agrandir l'orifice de la petite extrémité jusqu'à ce qu'il ait environ 8 à 9 mm.

Prendre un joint conique mâle normalisé de 10/24 en verre rodé et cimenter sa grosse extrémité avec de la résine époxy.

Adapter un manchon constitué par un tube rapporté à joint conique (femelle) normalisé de 10/19 en verre rodé.

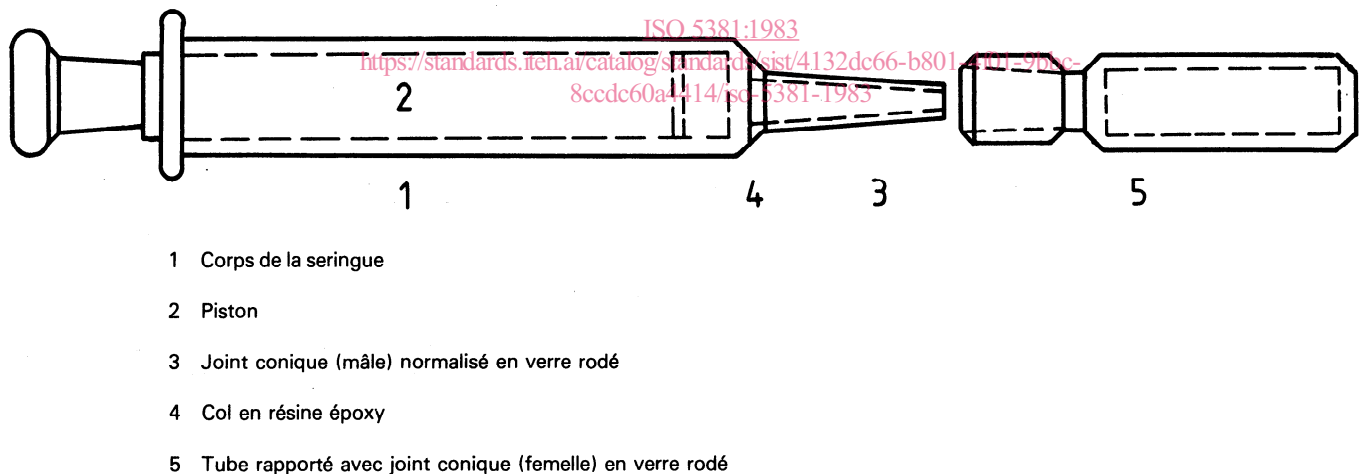
A.2 Mode d'emploi

Placer le manchon sur la seringue modifiée et faire descendre l'extrémité portant le manchon dans le liquide visqueux de

façon que l'extrémité du manchon soit juste au-dessous de la surface.

Tirer complètement le piston de la seringue et le maintenir ainsi jusqu'à ce que la quantité voulue de l'échantillon ait été pompée dans la seringue. Lâcher le piston, retirer la seringue de l'échantillon et enlever le manchon. Essuyer l'extrémité de la seringue modifiée pour enlever l'excès d'échantillon et recouvrir avec une petite poire en caoutchouc. Peser la seringue avec son contenu.

Enlever la poire et introduire l'extrémité de la seringue par l'ouverture d'introduction de l'échantillon du vase à réaction de l'appareil de Karl Fischer. Pousser sur le piston pour faire sortir le contenu de la seringue, retirer la seringue, boucher l'ouverture du vase à réaction, replacer la poire sur l'extrémité et repeser la seringue pour déterminer la masse exacte d'échantillon introduite dans le vase à réaction.



- 1 Corps de la seringue
- 2 Piston
- 3 Joint conique (mâle) normalisé en verre rodé
- 4 Col en résine époxy
- 5 Tube rapporté avec joint conique (femelle) en verre rodé

Figure 1 — Seringue spéciale

Annexe B

Appareil de Karl Fischer (donné à titre indicatif)

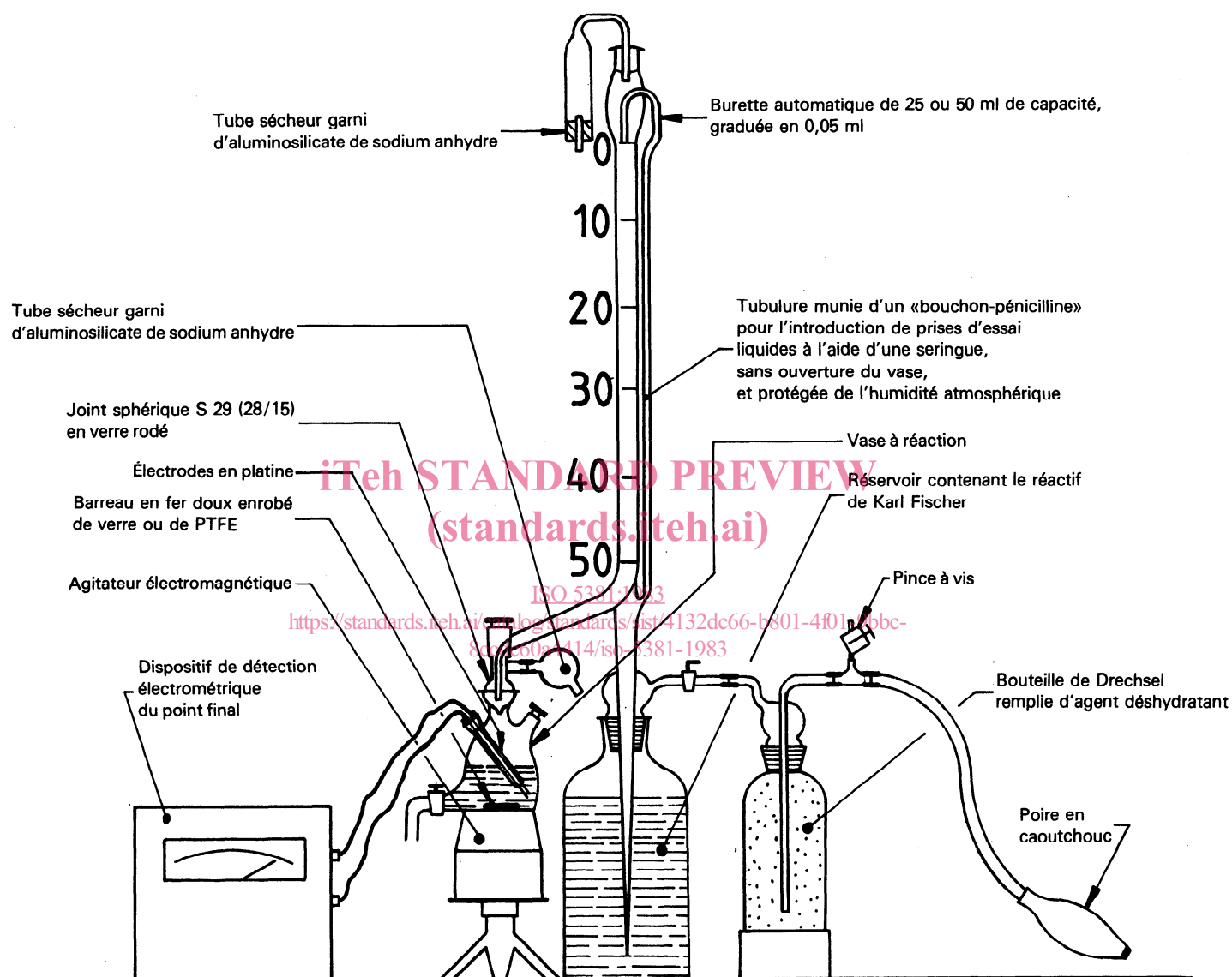


Figure 2 — Assemblage général

Fils de cuivre dont l'un isolé avec une gaine en plastique

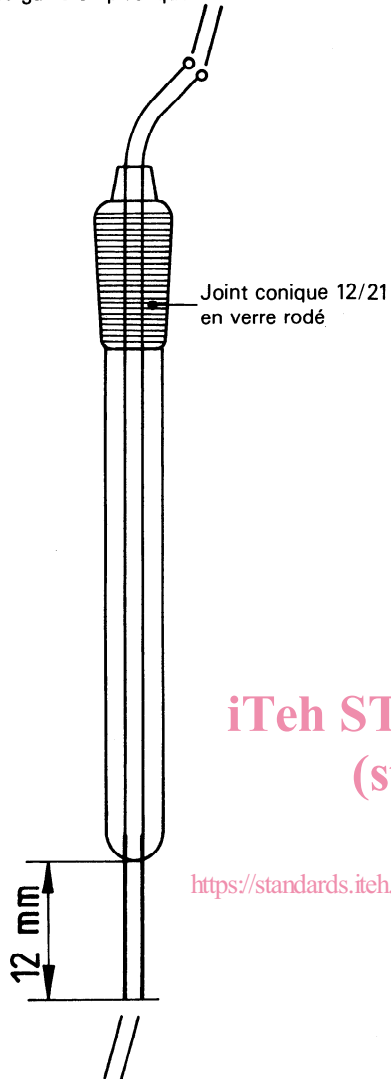
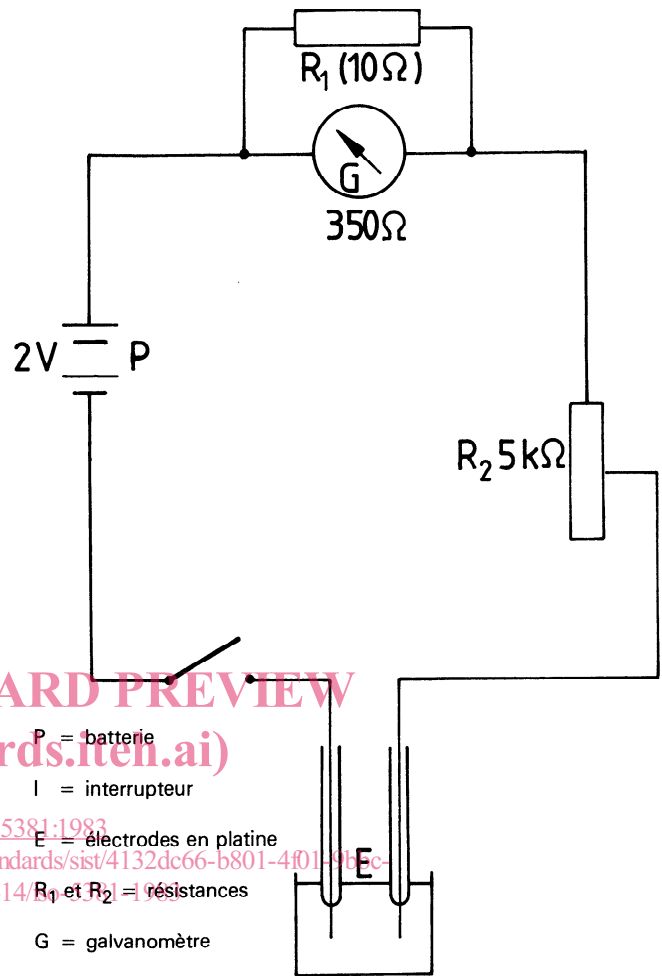


Figure 3 — Électrodes en platine



iTeh STANDARD PREVIEW
 (standards.iteh.ai)
 P = batterie
 I = interrupteur
 ISO 5381:1983
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4132dc66-b801-4f01-9bfc-8ccdc60a4414/iso-5381-1983>
 E = électrodes en platine
 R₁ et R₂ = résistances
 G = galvanomètre

Figure 4 — Circuit pour le dispositif de détection électrométrique du point final