

NORME
INTERNATIONALE

ISO
8534

Première édition
1996-06-15

**Corps gras d'origines animale et végétale —
Détermination de la teneur en eau —
Méthode de Karl Fischer**

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)
*Animal and vegetable fats and oils — Determination of water content —
Karl Fischer method*

ISO 8534:1996

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/164a74eb-bacd-4d05-932d-958dadd6dead/iso-8534-1996>



Reference number
ISO 8534:1996(F)

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 en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 8534 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits agricoles alimentaires*, sous-comité SC 11, *Corps gras d'origines animale et végétale*.

Les annexes A à D de la présente Norme internationale sont données uniquement à titre d'information.

ISO 8534:1996
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/164a74eb-bacd-4d05-932d-958dadd6dead/iso-8534-1996>

© ISO 1996

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

Organisation internationale de normalisation
Case Postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse

Imprimé en Suisse

Corps gras d'origines animale et végétale — Détermination de la teneur en eau — Méthode de Karl Fischer

AVERTISSEMENT — Les produits chimiques pyridine, méthanol, dioxyde de soufre et chloroforme sont des poisons. C'est pourquoi des précautions particulières doivent être prises au cours de l'analyse et de l'élimination des résidus. Consulter les fiches de sécurité pour l'utilisation de ces produits chimiques (loi sur les poisons, seuils d'exposition pour les travailleurs) afin de protéger l'environnement et les travailleurs.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode utilisant le réactif de Karl Fischer pour la détermination de la teneur en eau des corps gras d'origines animale et végétale (appelés corps gras dans la suite) qui ne contiennent pas d'impuretés telles que savons et autres composés alcalins qui peuvent donner lieu à une réaction et fournir des résultats trop élevés.

Elle est uniquement applicable à des corps gras de faible teneur en eau.

2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 661:1989, *Corps gras d'origines animale et végétale — Préparation de l'échantillon pour essai.*

ISO 3696:1987, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai.*

3 Définition

Pour les besoins de la présente Norme internationale, la définition suivante s'applique.

3.1 teneur en eau: Masse d'eau, déterminée conformément à la méthode prescrite dans la présente Norme internationale, divisée par la masse de la prise d'essai.

Elle est exprimée en pourcentage en masse.

4 Principe

Ajout d'une prise d'essai à un mélange de solvant et de réactif préalablement préparé. Titration avec le réactif de Karl Fischer et calcul de la teneur en eau.

5 Réactifs

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau de qualité 2 conformément à l'ISO 3696.

5.1 Solvant anhydre: Méthoxy-2 éthanol, propanol-1, ou un solvant spécifique du commerce.

5.2 Réactif de Karl Fischer, de préférence du commerce.

Un réactif sans pyridine peut également être utilisé, s'il a été reconnu être adapté à cette application.¹⁾

Déterminer l'équivalent en eau du réactif chaque jour d'utilisation. Voir 9.4.

NOTE 1 La préparation du réactif de Karl Fischer contenant de la pyridine est décrite en annexe A.

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

6 Appareillage

Matériel courant de laboratoire et, en particulier, ce qui suit.

6.1 Appareillage Karl Fischer, automatique ou semi-automatique, affichant un point final électrométrique ou visuel. Il est essentiel d'utiliser un flacon hermétiquement scellé, ce qui protège la réaction de l'humidité de l'air, et de mélanger efficacement le contenu du flacon à réaction.

7 Échantillonnage

Il est important que le laboratoire reçoive un échantillon réellement représentatif, non endommagé ou modifié lors du transport et de l'entreposage.

L'échantillonnage ne fait pas partie de la méthode prescrite dans la présente Norme internationale. Une méthode d'échantillonnage recommandée est donnée dans l'ISO 5555.

8 Préparation de l'échantillon pour essai

Préparer l'échantillon pour essai conformément à l'ISO 661.

9 Mode opératoire

9.1 Préparation du flacon à réaction

Ajouter le solvant (5.1) au flacon à réaction de l'appareillage Karl Fischer (6.1) jusqu'à ce que l'électrode soit immergée. Tout en mélangeant, ajouter le réactif de Karl Fischer (5.2) jusqu'à ce que le point final soit

atteint, ceci étant indiqué par la lecture de l'instrument ou par un changement de couleur. Ne pas tenir compte de la quantité de réactif utilisée.

9.2 Prise d'essai

Peser, à 0,01 g près, entre 5 g et 20 g de l'échantillon pour essai.

9.3 Détermination

Ajouter la prise d'essai (9.2) au flacon à réaction et agiter pendant 30 s afin de la disperser. Titrer avec le réactif de Karl Fischer jusqu'à l'obtention du même point final (9.1).

Noter le volume de réactif utilisé.

Effectuer la détermination en double en ajoutant une seconde prise d'essai et en répétant le titrage.

NOTE 2 Si la prise d'essai ne se dissout pas, il convient d'utiliser un des autres solvants (5.1), avec addition éventuelle de chloroforme.

9.4 Détermination de l'équivalent en eau du réactif

L'équivalent en eau du réactif doit être déterminé ou vérifié en suivant le mode opératoire prescrit en 9.2 et 9.3 en utilisant du tartrate de sodium dihydraté (5.3) ou une masse connue d'eau.

10 Expression des résultats

La teneur en eau est donnée par l'équation

$$w = \frac{V \times \rho}{m} \times 100 \%$$

où

w est la teneur en eau, exprimée en pourcentage en masse;

V est le volume, en millilitres, de réactif de Karl Fischer utilisé;

ρ est l'équivalent en eau, en grammes par millilitre, du réactif de Karl Fischer;

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai.

Prendre comme résultat la moyenne arithmétique de deux déterminations, à condition que les exigences relatives à la répétabilité (11.1) soient satisfaites.

1) Un réactif sans pyridine approprié est l'«hydranal-composite 2» contenant de l'iode, du dioxyde de soufre et une amine dissoute dans le solvant. L'hydranal-composite 2 est fourni par Riedel-de Haën AG, Seelze/Hanovre, 3016 Allemagne. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente Norme internationale et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif du produit ainsi désigné.

11 Fidélité

Les détails des essais interlaboratoires relatifs à la fidélité de la méthode sont résumés dans l'annexe C. Les valeurs provenant de l'essai interlaboratoire ne peuvent être appliquées aux plages de concentration et aux matrices autres que celles données.

Pour les valeurs obtenues de répétabilité et de reproductibilité, un niveau de probabilité de 95 % est considéré.

11.1 Répétabilité

La différence absolue entre deux résultats d'essai individuels indépendants, obtenus à l'aide de la même méthode sur un matériau identique soumis à l'essai dans le même laboratoire par le même opérateur utilisant le même appareillage et dans un court intervalle de temps, ne doit pas être supérieure à:

25 % de la moyenne de deux résultats pour des teneurs en eau ne dépassant pas 0,05 % (*m/m*);

12 % de la moyenne de deux résultats pour des teneurs en eau dépassant 0,05 % (*m/m*).

11.2 Reproductibilité

La différence absolue entre deux résultats d'essai individuels, obtenus à l'aide de la même méthode sur un matériau identique soumis à l'essai dans des laboratoires différents par des opérateurs différents utili-

sant des appareillages différents, ne doit pas être supérieure à:

30 % de la moyenne de deux résultats pour des teneurs en eau ne dépassant pas 0,2 % (*m/m*);

20 % de la moyenne de deux résultats pour des teneurs en eau dépassant 0,2 % (*m/m*).

12 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit indiquer:

- la méthode selon laquelle l'échantillonnage a été effectué, si elle est connue;
- la méthode utilisée;
- le(les) résultat(s) d'essai obtenu(s); et
- si la répétabilité a été vérifiée, le résultat final cité qui a été obtenu.

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 le(les) résultat(s) d'essai.

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

Annexe A (informative)

Préparation du réactif de Karl Fischer contenant de la pyridine

Introduire 670 ml de méthanol ne contenant pas plus de 500 mg/kg d'eau ou de méthoxy-2 éthanol ne contenant pas plus de 500 mg/kg d'eau, dans un flacon en verre brun préalablement séché, d'une capacité de 1 litre et muni d'un bouchon en verre rodé. La réaction étant exothermique, maintenir le flacon à 0 °C environ, en le plongeant, par exemple, dans un bain de glace fondante ou dans de la glace carbonique pilée.

Ajouter 85 g environ d'iode. Boucher le flacon et agiter de temps en temps jusqu'à dissolution complète de l'iode. Ajouter alors 270 ml environ de pyridine ne renfermant pas plus de 500 mg/kg d'eau. Reboucher le flacon et homogénéiser. Dans cette solution, dissoudre 65 g de dioxyde de soufre en suivant la méthode prescrite ci-après, en s'assurant qu'à aucun moment la température du liquide ne dépasse 20 °C.

Remplacer alors le bouchon en verre rodé par un dispositif d'introduction du dioxyde de soufre (constitué d'un bouchon en liège traversé par un thermomètre, d'un tube adducteur en verre de 6 mm × 8 mm, plongeant jusqu'à 10 mm du fond du flacon) et d'un petit tube capillaire de mise à l'atmosphère.

Placer le tout avec le bain de glace fondante sur une balance et peser à 1 g près. Relier le tube d'entrée à une bouteille de dioxyde de soufre par un raccord souple et un tube de dessiccation garni avec de l'agent déshydratant et ouvrir doucement la vanne de la bouteille.

Régler le débit du dioxyde de soufre de manière que la totalité du gaz soit régulièrement absorbée, sans que le liquide marque une tendance à s'élever dans le tube adducteur. S'assurer qu'à aucun moment la température du liquide ne dépasse 20 °C. Refermer la vanne de la bouteille dès que l'augmentation de masse atteint 65 g.

Déconnecter immédiatement le raccord souple et repeser le flacon et son dispositif d'adduction. La masse de dioxyde de soufre dissoute est comprise entre 60 g et 70 g. Un léger excès n'est pas nuisible.

Boucher le flacon, homogénéiser la solution et attendre 24 h au moins avant de l'utiliser car l'équivalent en eau du réactif décroît d'abord rapidement, puis beaucoup plus lentement.

Il convient que l'équivalent en eau du réactif ainsi préparé soit compris entre 3,5 mg/ml et 4,5 mg/ml. Il convient de le déterminer quotidiennement si l'on a utilisé du méthanol dans sa préparation, mais peut être déterminé moins souvent si l'on a employé du méthoxy-2 éthanol.

D'autre part, il est possible de préparer un réactif de Karl Fischer dont l'équivalent en eau est plus faible en diluant la solution obtenue précédemment avec du solvant (5.1).

Annexe B (informative)

Considérations sur l'emploi de la méthode coulométrique

Dans la variante coulométrique du dosage de l'eau selon la méthode de Karl Fischer, l'iode nécessaire à la réaction avec l'eau est produit par l'oxydation anodique d'iode. L'iode obtenu est proportionnel à la quantité d'électricité consommée, dont l'unité est le coulomb.

Les instruments disponibles dans le commerce qui ont été développés pour faire usage de ce principe sont très sophistiqués et sont en général entièrement automatiques et informatisés. Un tel instrument comprend deux cellules, la cellule anodique et la cellule cathodique, séparées l'une de l'autre par une membrane

et contenant des électrolytes dans lesquels plongent des électrodes en platine. La réaction a lieu dans la cellule anodique. Le reste de l'instrument facilite la réaction, le mesurage du nombre de coulombs d'électricité consommés et sa conversion en teneur en eau.

La méthode coulométrique est plus sensible que la méthode volumétrique et permet la détermination de teneurs en eau plus faibles. Elle est également sensible à l'humidité atmosphérique et aux réactions chimiques secondaires. On ne peut pas s'y fier pour arbitrer les litiges. L'article 11 n'est pas applicable aux résultats obtenus avec la méthode coulométrique.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 8534:1996](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/164a74eb-bacd-4d05-932d-958dadd6dead/iso-8534-1996)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/164a74eb-bacd-4d05-932d-958dadd6dead/iso-8534-1996>

Annexe C (informative)

Résultats de l'essai interlaboratoire

La fidélité de la présente méthode a été établie par un essai interlaboratoire effectué en 1983 par l'AOAC, conformément à l'ISO 5725. 15 laboratoires ont participé à cet essai et des échantillons de teneurs en eau différentes ont été étudiés.

NOTE 3 Ces résultats ont été obtenus en utilisant un réactif contenant de la pyridine. Il n'existe pour l'instant pas de résultats disponibles provenant d'essais interlaboratoires utilisant des réactifs sans pyridine.

Ces résultats sont contenus dans le tableau C.1.

Tableau C.1

Échantillon	I	II	III	IV
Nombre de laboratoires retenus après élimination des aberrants	12	14	13	15
Teneur en eau moyenne, % (<i>m/m</i>)	0,029	0,114	0,220	3,065
Coefficient de variation de répétabilité, %	24,1	14,0	12,7	10,4
Répétabilité, 2,83 s_r	0,007	0,016	0,028	0,319
Coefficient de variation de reproductibilité, %	31,0	28,9	18,1	20,3
Reproductibilité, 2,83 s_R	0,009	0,033	0,040	0,623

Annexe D (informative)

Bibliographie

- [1] ISO 5555:1991, *Corps gras d'origines animale et végétale — Échantillonnage*.
- [2] L'ISO 5725:1986, *Fidélité des méthodes d'essai — Détermination de la répétabilité et de la reproductibilité d'une méthode d'essai normalisée par essais interlaboratoires* (annulée à l'heure actuelle), a été utilisée pour l'obtention des données de fidélité.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 8534:1996](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/164a74eb-bacd-4d05-932d-958dadd6dead/iso-8534-1996)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/164a74eb-bacd-4d05-932d-958dadd6dead/iso-8534-1996>