

NORME
INTERNATIONALE

ISO
11817

Première édition
1994-10-01

**Café torréfié moulu — Détermination de la
teneur en eau — Méthode de Karl Fischer
(Méthode de référence)**

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

*Roasted ground coffee — Determination of moisture content — Karl
Fischer method (Reference method)*

ISO 11817:1994

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6ede1591-afdd-4206-8c0c-dc808cd4a6d1/iso-11817-1994>



Numéro de référence
ISO 11817:1994(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 11817 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits agricoles alimentaires*, sous-comité SC 15, *Café*.

L'annexe A de la présente Norme internationale est donnée uniquement à titre d'information.

ITeH STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

ISO 11817:1994

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6ede1591-afdd-4206-8c0c-dc808cd4a6d1/iso-11817-1994>

Café torréfié moulu — Détermination de la teneur en eau — Méthode de Karl Fischer (Méthode de référence)

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode pour la détermination de la teneur en eau du café torréfié moulu, par le réactif de Karl Fischer. En raison de sa précision, cette méthode convient comme méthode de référence.

2 Référence normative

La norme suivante contient 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, l'édition indiquée était 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 l'édition la plus récente de la norme indiquée ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 760:1978, *Dosage de l'eau — Méthode de Karl Fischer (Méthode générale)*.

3 Définition

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

3.1 teneur en eau: Quantité d'eau extraite au moyen de méthanol déshydraté selon le mode opératoire spécifié dans la présente Norme internationale.

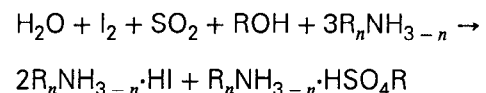
La teneur en eau est exprimée en pourcentage en masse.

4 Principe

Extraction d'une prise d'essai avec du méthanol déshydraté à 65 °C (point d'ébullition) sous reflux avec exclusion de l'eau. Après refroidissement, titrage d'une fraction de l'extrait retenu dans un appareil Karl Fischer, jusqu'à ce que le point final de titrage soit atteint selon la méthode biampérométrique.

5 Réactions

Au cours de la détermination de la teneur en eau par la méthode de Karl Fischer, l'eau qui se trouve dans l'échantillon réagit en présence d'une amine et d'un alcool avec l'iode et le dioxyde de soufre:



où R est un groupe alcoyle ou alkoxyyle.

Le point final de la réaction s'obtient électrométriquement par un excès d'iode.

6 Réactifs et matériaux

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau soit déminéralisée, soit distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

6.1 Réactif de Karl Fischer¹⁾, exempt de pyridine, système à un ou deux composants.

6.2 Méthanol, ne contenant pas plus de 0,01 % (m/m) d'eau.

1) Des produits appropriés sont en vente dans le commerce.

6.3 Tamis moléculaire, à mailles retournées de 0,3 nm; diamètre approximatif de 2 mm; masse volumique non tassée d'environ 75 g pour 100 ml.

7 Appareillage

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

7.1 Étuve, réglée à $40\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$, pour y ranger en permanence la verrerie.

7.2 Balances analytiques.

7.2.1 Ultramicrobalance, précise à 0,000 1g près pour déterminer le titre du réactif de Karl Fischer.

7.2.2 Microbalance, précise à 0,001 g près pour peser les prises d'essais.

7.3 Appareil à reflux.

7.3.1 Dispositif de chauffage, convenant pour un ballon à fond rond de 100 ml; la régulation du chauffage doit se faire par un régulateur à thyristor.

7.3.2 Flacon à fond rond, de 100 ml de capacité, avec manchon conique.

NOTE 1 Il est nécessaire de disposer d'au moins trois ballons.

7.3.3 Réfrigérant à reflux, de 25 cm à 30 cm de long, avec rodage en verre fritté.

7.3.4 Tubes à dessiccation, garnis d'environ 40 g de tamis moléculaire (6.3), changé tous les jours.

7.4 Appareil de titrage.

NOTE 2 Pour déterminer la teneur en eau selon la méthode de Karl Fischer, il existe dans le commerce des appareils de titrage complets, qui se composent des divers éléments énumérés de 7.4.1 à 7.4.5.

7.4.1 Indicateur de point final, pour titrage selon la méthode biampérométrique.

7.4.2 Double électrode en platine.

7.4.3 Agitateur magnétique, muni d'une tige d'agitation recouverte de polytétrafluoréthylène.

7.4.4 Vase de titrage, d'une capacité d'environ 100 ml, avec au moins trois socles en verre fritté.

Relier l'un des socles en verre à la burette; dans le

deuxième, placer les doubles électrodes en platine et utiliser le troisième pour ajouter les réactifs et l'échantillon. Le fait de disposer d'un robinet de vidange placé dans le fond du vase présente un avantage. Le reliaison au vase par un tube capillaire ayant un volume maximal de 0,5 ml. Les vases de titrage sans robinet de vidange doivent comporter quatre socles. Pour les vider, utiliser un tube en verre étiré relié à un capillaire qui atteint le fond du vase.

7.4.5 Burette, graduée à intervalles de 0,05 ml, **flacon de réaction** et **tubes de dessiccation**.

Lorsqu'on utilise des appareils automatiques de titrage, l'intervalle minimal dépend des données fournies par le fabricant (par exemple, 0,02 ml).

Protéger le flacon de réaction, la burette et le réactif de Karl Fischer (6.1) de la lumière. Fermer tous les socles de ventilation dans le vase de titrage, soit par des tubes de dessiccation qui ont été garnis d'un agent déshydratant efficace ou de tamis moléculaire, soit par des récipients de dessiccation remplis de réactif (6.1) afin de supprimer l'influence de l'humidité de l'air.

7.5 Seringue, pour mesurer 30 μl à 40 μl d'eau afin de déterminer le titre, par exemple microseringue Hamilton de 0,05 ml.

7.6 Dessiccateur garni d'un agent déshydratant efficace, par exemple, gel de silice avec indicateur d'humidité ou tamis moléculaire.

7.7 Éprouvette graduée, de 100 ml de capacité, gradué en 1 ml.

7.8 Pipettes, de 5 ml, 10 ml et 50 ml de capacité.

8 Échantillonnage

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

9 Préparation de l'échantillon pour essai

9.1 Café torréfié moulu

Mélanger correctement l'échantillon pour laboratoire.

9.2 Café torréfié moulu emballé sous vide

Retenir un emballage original complet comme échantillon d'essai.

10 Mode opératoire

10.1 Détermination du titre du réactif de Karl Fischer

Déterminer le titre du réactif (6.1) selon l'ISO 760.

Pour un dosage exact de plus petites quantités d'eau, utiliser la seringue (7.5), dont la décharge s'obtient par pesée de la différence à l'aide de l'ultramicrobalance (7.2.1).

Déterminer le volume requis par plusieurs titrages (10.6) de 30 mg à 40 mg d'eau et calculer le titre, T , d'après la formule suivante:

$$T = \frac{m}{V}$$

où

m est la masse, en milligrammes, d'eau utilisée;

V est le volume, en millilitres, de réactif (6.1) utilisé.

10.2 Préparation de la verrerie

Conserver tous les récipients en verre nécessaires dans l'étuve (7.1) réglée à 40 °C. Avant leur utilisation, les laisser refroidir à température ambiante dans le dessiccateur (7.6) et les y conserver.

10.3 Préparation de l'appareil à reflux

Placer 75 ml de méthanol (6.2) dans un ballon à fond rond de 100 ml (7.3.2). Régler le programme de montée en température de l'appareil de chauffage (7.3.1) au moyen du régulateur à thyristor, l'arrivée d'eau de refroidissement étant fermée de façon que le méthanol se condense dans le haut du réfrigérant. Noter le réglage, fermer ensuite l'appareil avec le tube de dessiccation (7.3.4) et porter le méthanol à ébullition sous reflux sans changer le programme de température pendant 30 min. Ouvrir l'arrivée d'eau de refroidissement et laisser l'appareil refroidir. Tant que l'appareil n'est pas refroidi à température ambiante, ne pas retirer le ballon.

Après cette préparation, retirer l'eau adhérent éventuellement à la surface intérieure du réfrigérant. Aussitôt après avoir retiré les ballons, fermer l'appareil à reflux ainsi préparé avec un ballon à fond rond contenant un agent déshydratant efficace (tamis moléculaire ou gel de silice avec indicateur d'humidité).

10.4 Détermination du blanc

Introduire, à l'aide d'une pipette, 50,0 ml de méthanol déshydraté dans un ballon à fond rond (7.3.2) séché de 100 ml et porter à ébullition avec de l'eau courante de refroidissement pendant 30 min. Laisser ensuite refroidir le ballon à fond rond, le retirer de l'appareil et le fermer aussitôt.

Prendre une partie aliquote de 10,0 ml pour le titrage du blanc et procéder comme décrit en 10.5 et 10.6. Noter le volume de réactif de Karl Fischer utilisé.

10.5 Extraction des échantillons

Peser, à 0,001 g près, environ 3 g d'échantillon pour essai dans un ballon à fond rond de 100 ml. Ajouter 50,0 ml de méthanol déshydraté au moyen d'une pipette et fermer immédiatement le ballon.

Relier le ballon à fond rond au réfrigérant à reflux et chauffer le contenu selon le même programme de température que celui décrit en 10.3 (noter la régulation des thyristors) et avec de l'eau de refroidissement courante jusqu'au début du reflux. Laisser bouillir pendant 30 min de plus sous reflux. Ensuite, laisser le ballon à fond rond refroidir à température ambiante, le retirer du réfrigérant à reflux et fermer immédiatement le ballon.

10.6 Préparation de l'appareil de titrage

Préparer l'appareil de titrage (7.4) selon les instructions du fabricant. L'étanchéité à l'air du vase de titrage est d'une importance capitale.

NOTE 3 Un défaut d'étanchéité à l'air se mesure par le taux de fuite ($\mu\text{g H}_2\text{O}/\text{min}$) du système. Celui-ci peut se situer entre 10 $\mu\text{g}/\text{min}$ et 60 $\mu\text{g}/\text{min}$ en fonction de l'humidité de l'air ambiant. La détermination du taux de fuite se fait conformément aux instructions du constructeur de l'appareil de titrage Karl Fischer utilisé et ce taux ne doit pas dépasser 60 $\mu\text{g}/\text{min}$ pour la détermination.

Placer 35 ml du méthanol déshydraté (receveur) dans le vase de titrage. S'assurer que les parties métalliques de la double électrode en platine (7.4.2) sont complètement immergées.

Avant la première utilisation de la journée, conditionner le système par un titrage dit «de réserve» pendant 20 min lorsque l'eau adhérente est complètement éliminée.

10.7 Détermination

En fonction de la teneur en eau supposée des échantillons de café torréfié moulu, prendre une frac-

tion de 10,0 ml [teneur en eau < 3 % (m/m)] ou de 5,0 ml [teneur en eau > 3 % (m/m)] dans l'échantillon extrait selon 10.5 et l'introduire rapidement au moyen d'une pipette dans le vase de titrage préparé selon 10.6, en ouvrant le vase aussi brièvement que possible.

Commencer ensuite le titrage automatique tout en mélangeant avec l'agitateur magnétique (7.4.3). L'appareil réalise automatiquement le dosage du réactif et la reconnaissance du point final.

Régler l'appareil de sorte que le titrage électronique se termine si aucun changement de potentiel de plus de 15 mV ne se produit dans les 20 s.

Effectuer trois titrages sur chaque extrait (ou pour la détermination de la valeur à blanc). Ne pas changer le receveur (voir 10.6). Utiliser comme valeur pour le calcul (11.1), la moyenne arithmétique des résultats de ces trois titrages.

11 Expression des résultats

11.1 Calcul

La teneur en eau du café torréfié moulu, W_w exprimée en pourcentage en masse de l'échantillon, est calculée selon la formule suivante:

$$W_w = \left(V_4 - \frac{V_3 \times V_2}{V_5} \right) \times T \times \frac{V_1}{V_2} \times \frac{100}{m_E}$$

où

- T est le titre (10.1) du réactif de Karl Fischer, en milligrammes d'eau par millilitre;
- m_E est la masse de la prise d'essai, en milligrammes;
- V_1 est le volume de méthanol, en millilitres, utilisé pour l'extraction (10.5);
- V_2 est le volume de fraction de l'extrait, en millilitres, utilisé pour le titrage;
- V_3 est le volume, en millilitres, du réactif de Karl Fischer (6.1), utilisé pour le titrage du blanc (10.4);
- V_4 est le volume, en millilitres, du réactif de Karl Fischer (6.1), utilisé pour le titrage de l'extrait d'échantillon (10.7);

V_5 est la fraction de méthanol, en millilitres, utilisée pour la détermination du blanc (10.4).

Arrondir le résultat à une décimale près.

11.2 Fidélité

Les résultats d'un essai interlaboratoires sont donnés dans l'annexe A. L'essai interlaboratoires a été effectué avec des échantillons de café torréfié emballé sous vide.

11.2.1 Répétabilité

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 le même laboratoire par le même opérateur utilisant le même appareillage et dans un court intervalle de temps, ne doit pas être supérieure à 0,14 %.

11.2.2 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 utilisant des appareillages différents, ne doit pas être supérieure à 0,25 %.

12 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit indiquer

- la méthode utilisée,
- le résultat d'essai obtenu, 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 résultat d'essai.

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

Annexe A (informative)

Résultats de l'essai interlaboratoires

Un essai interlaboratoires effectué en 1988 par le Deutsches Institut für Normung et auquel ont participé neuf laboratoires, qui ont chacun effectué deux déterminations sur l'échantillon, a donné les résultats statistiques (évalués selon l'ISO 5725²⁾) figurant au tableau A.1.

Tableau A.1 — Teneur en eau du café torréfié moulu

Nombre de laboratoires retenus après élimination des aberrants	9
Moyenne de teneur en eau, % (<i>m/m</i>)	4,21
Écart type de répétabilité, s_r	0,050 6
Coefficient de variation de répétabilité, %	1,2
Répétabilité $2,83s_r$	0,14
Écart type de reproductibilité, s_R	0,086 6
Coefficient de variation de reproductibilité, %	2,5
Reproductibilité $2,83s_R$	0,24

ISO 11817:1994

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6ede1591-afdd-4206-8c0c-dc808cd4a6d1/iso-11817-1994>

2) 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.*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 11817:1994

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6ede1591-afdd-4206-8c0c-dc808cd4a6d1/iso-11817-1994>

ICS 67.140.20

Descripteurs: produit agricole, produit végétal, café, essai, dosage, eau, méthode de Karl Fischer.

Prix basé sur 5 pages
