

NORME  
INTERNATIONALE

ISO  
5536

FIL  
23

Première édition  
2002-11-01

---

---

**Produits à base de matière grasse  
laitière — Détermination de la teneur en  
eau — Méthode de Karl Fischer**

*Milk fat products — Determination of water content — Karl Fischer method*

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO 5536:2002](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5069d01f-d974-42d7-9018-5e43080cab86/iso-5536-2002)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5069d01f-d974-42d7-9018-5e43080cab86/iso-5536-2002>



Numéros de référence  
ISO 5536:2002(F)  
FIL 23:2002(F)

© ISO et FIL 2002

**PDF – Exonération de responsabilité**

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO et la FIL déclinent toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO et les comités nationaux de la FIL. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central de l'ISO à l'adresse donnée ci-dessous.

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO 5536:2002](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5069d01f-d974-42d7-9018-5e43080cab86/iso-5536-2002)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5069d01f-d974-42d7-9018-5e43080cab86/iso-5536-2002>

© ISO et FIL 2002

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 soit de l'ISO soit de la FIL à l'adresse respective ci-après.

ISO copyright office  
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20  
Tel. + 41 22 749 01 11  
Fax + 41 22 749 09 47  
E-mail [copyright@iso.ch](mailto:copyright@iso.ch)  
Web [www.iso.ch](http://www.iso.ch)

Fédération Internationale de Laiterie  
Diamant Building • Boulevard Auguste Reyers 80 • B-1030 Bruxelles  
Tel. + 32 2 733 98 88  
Fax + 32 2 733 04 13  
E-mail [info@fil-idf.org](mailto:info@fil-idf.org)  
Web [www.fil-idf.org](http://www.fil-idf.org)

Imprimé en Suisse

## 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 Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 3.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. 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.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments de la présente Norme internationale peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

L'ISO 5536|FIL 23 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits alimentaires*, sous-comité SC 5, *Lait et produits laitiers*, et la Fédération internationale de laiterie (FIL), en collaboration avec l'AOAC International. Elle est publiée conjointement par l'ISO et la FIL, et séparément par l'AOAC International.

(standards.iteh.ai)

[ISO 5536:2002](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5069d01f-d974-42d7-9018-5e43080cab86/iso-5536-2002)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5069d01f-d974-42d7-9018-5e43080cab86/iso-5536-2002>

## Avant-propos

La **FIL (Fédération internationale de laiterie)** est une fédération mondiale du secteur laitier avec un Comité National dans chacun de ses pays membres. Chaque Comité National a le droit de faire partie des Comités permanents de la FIL auxquels sont confiés les travaux techniques. La FIL collabore avec l'ISO et avec l'AOAC International pour l'élaboration de méthodes normalisées d'analyse et d'échantillonnage pour le lait et les produits laitiers.

Les projets de Normes internationales adoptés par les Équipes d'Action et les Comités permanents sont soumis aux Comités Nationaux pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 50 % au moins des Comités Nationaux votants.

L'ISO 5536 | FIL 23 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits alimentaires*, sous-comité SC 5, *Lait et produits laitiers*, et la Fédération internationale de laiterie (FIL), en collaboration avec l'AOAC International. Elle est publiée conjointement par l'ISO et la FIL, et séparément par l'AOAC International.

L'ensemble des travaux a été confié à l'Équipe d'Action mixte ISO/FIL/AOAC du Comité permanent chargé de *Eau*, sous la conduite de son chef de projet, G.J. van Beutick (Pays-Bas).

## iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 5536:2002](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5069d01f-d974-42d7-9018-5e43080cab86/iso-5536-2002)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5069d01f-d974-42d7-9018-5e43080cab86/iso-5536-2002>

## Introduction

La présente Norme internationale décrit une méthode de titrage manuel, bien que cette technique soit obsolète. En principe, on dispose de trois méthodes de détection du point de virage: une détection visuelle, décrite dans la présente Norme internationale, une technique photométrique faisant intervenir un photomètre pour la détection du point de virage et mettant en œuvre un mode opératoire identique à celui décrit dans la présente Norme internationale et une détection électrique à l'aide d'un appareil de titrage automatisé.

Une étude préliminaire est déjà en cours pour introduire dans la présente Norme internationale la technique automatisée plus moderne qui comporte le remplacement des réactifs toxiques. Lorsque l'étude préliminaire aura atteint ses objectifs, cela conduira à une proposition de révision de la présente Norme internationale.

## iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 5536:2002](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5069d01f-d974-42d7-9018-5e43080cab86/iso-5536-2002)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5069d01f-d974-42d7-9018-5e43080cab86/iso-5536-2002>

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 5536:2002

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5069d01f-d974-42d7-9018-5e43080cab86/iso-5536-2002>

# Produits à base de matière grasse laitière — Détermination de la teneur en eau — Méthode de Karl Fischer

**AVERTISSEMENT** — L'utilisation de la présente Norme internationale peut impliquer l'emploi de produits et la mise en œuvre de modes opératoires et d'appareillages à caractère dangereux. Elle n'a pas pour but d'aborder tous les problèmes de sécurité liés à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur de la présente Norme internationale d'établir, avant de l'utiliser, des pratiques d'hygiène et de sécurité et de déterminer l'applicabilité des restrictions réglementaires.

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale décrit une méthode de détermination de la teneur en eau des produits à base de matière grasse laitière par la méthode de Karl Fischer.

La méthode s'applique à la graisse de beurre (à la graisse de beurre anhydre, à la matière grasse butyrique anhydre et à la matière grasse laitière anhydre) dont la teneur en eau ne dépasse pas 1,0 % (fraction massique).

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
(standards.iteh.ai)

## 2 Terme et définition

Pour les besoins de la présente Norme internationale, le terme et la définition suivants s'appliquent.

### 2.1

#### **teneur en eau des produits à base de matière grasse laitière**

fraction massique d'eau déterminée par le mode opératoire spécifié dans la présente Norme internationale

NOTE La teneur en eau est exprimée en pourcentage (fraction massique).

## 3 Principe

Titration de l'échantillon dissous avec un réactif de Karl Fischer. Réaction du dioxyde de soufre, du méthanol et de l'iode en présence de base, pour donner des quantités équivalentes de sulfate de méthyle et d'iodure, uniquement en présence d'eau. Calcul de la teneur en eau de l'échantillon à partir de la quantité de réactif utilisée.

## 4 Réactifs

Sauf spécification contraire, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau distillée ou déminéralisée ou de l'eau de pureté équivalente. Éviter l'absorption de l'humidité atmosphérique.

**4.1 Réactif de Karl Fischer**, réactif à un ou deux composants, exempt de pyridine et disponible dans le commerce, avec masse volumique soit d'environ 4 mg/ml ou 5 mg/ml. Éviter d'utiliser d'anciens stocks de réactifs ayant une masse volumique inférieure.

**4.2 Chloroforme** (CHCl<sub>3</sub>), anhydre.

**4.3 Méthanol** (CH<sub>3</sub>OH), contenant seulement 0,05 % (fraction volumique) d'eau.

**AVERTISSEMENT** — Le chloroforme et le méthanol sont toxiques. Prendre toutes les précautions nécessaires.

#### 4.4 Mélange chloroforme-méthanol, rapport 3:1.

Dans une éprouvette graduée (5.4), introduire 3 volumes de chloroforme (4.2) et 1 volume de méthanol (4.3) et mélanger.

## 5 Appareillage

Utiliser du matériel courant de laboratoire et notamment celui décrit ci-dessous.

Tout l'appareillage doit être parfaitement sec lors de son utilisation.

**5.1 Balance analytique**, permettant de peser à 1 mg près et ayant une lecture à 0,1 mg près.

**5.2 Burette**, de 10 ml ou de 25 ml de capacité, munie d'un réservoir de protection garni de chlorure de calcium.

**5.3 Fioles coniques**, de 150 ml de capacité, munies de bouchons ou capsules en caoutchouc, perforées pour permettre d'y adapter l'extrémité de la burette.

**5.4 Flacons**, en verre brun, de 1 l de capacité, munis de bouchons en verre rodé.

**5.5 Éprouvettes**, de capacité suffisante pour préparer le mélange chloroforme-méthanol (4.4) et munie de bouchons en verre rodé et gradué.

**5.6 Pipette**, de 25 ml de capacité, munie d'un dispositif d'aspiration.

Une seringue de 25 ml peut également être utilisée. [ISO 5536:2002](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5069d01f-d974-42d7-9018-5e43080cab86/iso-5536-2002)

**5.7 Système de titrage.**

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5069d01f-d974-42d7-9018-5e43080cab86/iso-5536-2002>

Un système de titrage Karl Fischer disponible dans le commerce peut être utilisé.

## 6 Échantillonnage

Il est important que le laboratoire reçoive un échantillon qui soit réellement représentatif et qui n'ait pas été endommagé ou changé pendant le transport ou le stockage.

L'échantillonnage ne fait pas partie de la méthode spécifiée dans la présente Norme internationale. Une méthode d'échantillonnage recommandée est donnée dans l'ISO 707.

## 7 Mode opératoire

### 7.1 Préparation de l'échantillon pour essai

Mélanger l'échantillon pour essai en le malaxant soigneusement, à une température d'environ 50 °C, pour disperser complètement l'eau dans la matière grasse.

### 7.2 Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc avant chaque série d'analyses, car la teneur en eau du mélange chloroforme-méthanol (4.4) n'est pas stable dans le temps.

Utiliser une pipette (5.6) pour ajouter 25 ml de mélange chloroforme-méthanol (4.4) dans une fiole conique (5.3). Titrer le mélange avec le réactif de Karl Fischer (4.1) jusqu'à persistance d'une légère coloration iodique (jaune-brun) pendant 3 s à 5 s.

NOTE Avec certains systèmes automatisés, la présence de traces d'eau étant automatiquement titrée, il n'y a pas de valeur de blanc.

## 7.3 Détermination

### 7.3.1 Titrage

Dans une fiole conique tarée de 150 ml (5.3), peser une goutte d'eau (environ 50 mg) à 0,1 mg près. Boucher immédiatement la fiole. A l'aide d'une pipette (5.6), ajouter 25 ml du mélange chloroforme-méthanol (4.4) et agiter pendant 1 min.

Titrer la solution obtenue avec le réactif de Karl Fischer (4.1) jusqu'à persistance d'une légère coloration iodique (jaune-brun) pendant 3 s à 5 s.

### 7.3.2 Echantillon pour essai

Dans une fiole conique de 150 ml (5.3), peser environ 5 g d'échantillon pour essai (7.1) à 1 mg près.

Utiliser, de préférence, une seringue pour introduire l'échantillon pour essai (7.1) dans une fiole conique de 150 ml, préalablement pesée à 1 mg près. Déterminer la masse de la prise d'essai en prenant la différence entre les pesées.

À l'aide d'une pipette (5.6), ajouter 25 ml de mélange chloroforme-méthanol (4.4) à la prise d'essai. Dissoudre la prise d'essai en agitant pendant 1 min. Titrer avec le réactif de Karl Fischer (4.1) jusqu'à persistance d'une faible coloration iodique (jaune-brun) pendant 3 s à 5 s.

Ne pas réaliser plus de deux titrages d'une même portion du mélange chloroforme-méthanol (4.4).

Un procédé électrométrique de détection du point de virage («dead-stop») peut être utilisé.

NOTE Pour les déterminations de routine utilisant un système automatisé, le taux de détermination peut être amélioré en augmentant le volume de solvant effectuant un plus grand nombre de titrages [par exemple, 40 ml de mélange (4.4) pour quatre titrages].

## 8 Calcul et expression des résultats

### 8.1 Calcul

8.1.1 Calculer le titre,  $t$ , de la solution (7.3.1), en grammes par millilitre, à l'aide de l'équation suivante:

$$t = \frac{m}{V_1 - V_b}$$

où

$m$  est la masse de la goutte d'eau (7.3.1), en grammes;

$V_1$  est le volume de réactif de Karl Fischer (4.1) utilisé pour le titrage (7.3.1), en millilitres;

$V_b$  est le volume de réactif de Karl Fischer (4.1) utilisé dans l'essai à blanc (7.2), en millilitres.