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

*Animal and vegetable fats and oils — Determination of water content —
Karl Fischer method (pyridine free)*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 8534:2008](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/45985240-45a5-4c3f-824a-176453ef272e/iso-8534-2008)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/45985240-45a5-4c3f-824a-176453ef272e/iso-8534-2008>



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 décline 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. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 8534:2008](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/45985240-45a5-4c3f-824a-176453ef272e/iso-8534-2008)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/45985240-45a5-4c3f-824a-176453ef272e/iso-8534-2008>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2008

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'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

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.org
Web www.iso.org

Publié 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 2.

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

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 8534:1996), qui a fait l'objet d'une révision technique.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/45985240-45a5-4c3f-824a-176453ef272e/iso-8534-2008>

Introduction

La détermination de la teneur en eau des corps gras selon la méthode de Karl Fischer s'effectue selon deux modes opératoires différents. La présente Norme internationale spécifie la méthode volumétrique permettant de déterminer des teneurs en eau relativement élevées, en milligrammes (fort taux d'humidité). Cette méthode est utilisée pour les échantillons ayant une teneur en eau comprise entre 1 mg et 100 mg.

L'Annexe B spécifie un titrage coulométrique nécessitant une teneur en eau de l'échantillon comprise entre 10 µg et 10 mg. La méthode coulométrique est plus sensible que la méthode volumétrique et permet la détermination de teneurs en eau plus faibles.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 8534:2008](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/45985240-45a5-4c3f-824a-176453ef272e/iso-8534-2008)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/45985240-45a5-4c3f-824a-176453ef272e/iso-8534-2008>

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

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination de la teneur en eau des corps gras d'origines animale et végétale (appelés «corps gras» dans la présente Norme internationale) à l'aide de l'appareil Karl Fischer et d'un réactif sans pyridine.

2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

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

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

3.1

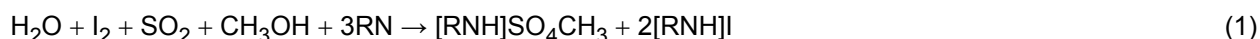
teneur en eau

masse d'eau, en grammes par 100 g d'échantillon, déterminée conformément à la méthode spécifiée dans la présente Norme internationale

NOTE La teneur en eau est exprimée en fraction massique, en pourcentage.

4 Principe

Le corps gras dissous est titré à l'aide d'une solution d'iode et le dioxyde de soufre (SO₂) est oxydé par l'iode en présence d'eau. En principe, il se produit la réaction chimique donnée par l'Équation (1):



L'alcool réagit avec le dioxyde de soufre (SO₂) et la base azotée (RN) pour former un sel d'alkylsulfite intermédiaire, qui est ensuite oxydé par l'iode en un sel d'alkylsulfate. Cette réaction d'oxydation consomme l'eau contenue dans l'échantillon. Le point d'arrêt est contrôlé par potentiométrie.

5 Réactifs

AVERTISSEMENT — S'assurer du respect de la réglementation nationale en vigueur concernant la manipulation des substances dangereuses. Les mesures de sécurité sur les plans technique, organisationnel et personnel doivent être suivies.

Il est recommandé d'utiliser des solvants de travail «prêts à l'emploi», soit des réactifs monocomposant (5.1.1), soit des réactifs bicomposants (5.1.2). Pour obtenir des résultats acceptables, des réactifs ayant un titre de 1 mg et 2 mg d'eau par millilitre sont nécessaires.

5.1 Réactifs de Karl Fischer, qui recouvrent les réactifs monocomposant ou bicomposants utilisés pour la détermination volumétrique.

5.1.1 Réactifs monocomposant, contenant tous les réactifs présents dans la solution de titrage: iode, dioxyde de soufre et imidazole, dissous dans un alcool approprié. Le méthanol est généralement utilisé comme milieu de travail dans la cellule de titrage.

Le solvant de choix est le méthanol absolu. Cependant, pour les corps gras et les huiles, il est nécessaire d'utiliser un mélange de méthanol absolu et de chloroforme absolu (il convient que la fraction volumique de méthanol soit au moins égale à 25 %, et de préférence à 50 %).

5.1.2 Réactifs bicomposants, comportant tous les réactifs nécessaires au titrage, mais dans deux solutions distinctes. L'agent de titrage (généralement appelé «solution de titrage») contient seulement de l'iode et du méthanol, et le solvant contenant les autres composés de la réaction de Karl Fischer est utilisé comme milieu de travail dans la cellule de titrage.

5.2 Étalon d'eau, préparation du commerce ayant une concentration certifiée de 10 mg/g (fraction massique = 1,0 %).

6 Appareillage

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

6.1 Appareil Karl Fischer, réglé conformément aux recommandations du fabricant pour la détermination de la teneur en eau des corps gras et des huiles. Mettre en place et mener les protocoles de maintenance de routine comme recommandé par le fabricant. Utiliser un récipient hermétique et ne pas placer l'instrument dans une zone de forte humidité. Ne pas placer les instruments ni manipuler les échantillons à proximité de sources d'eau telles que robinets, évier, lave-vaisselle, dans le laboratoire.

6.2 Balance analytique, avec une précision de lecture de 0,1 mg.

6.3 Seringues, de capacité 1 ml, 2 ml, 5 ml, 10 ml, et 20 ml.

Pour obtenir des résultats exacts et reproductibles avec l'étalon d'eau, utiliser une seringue en verre étanche aux gaz. Pour l'étalon d'eau 10,0 utiliser une seringue de 10 ml, et pour l'étalon d'eau 1,00 ou 0,10 utiliser une seringue de 5 ml. Outre le choix d'une seringue de dimension appropriée, utiliser une aiguille suffisamment longue pour permettre une injection sous la surface du liquide en cas d'injection à travers le septum de l'instrument.

7 Échantillonnage

Il convient que le laboratoire reçoive un échantillon représentatif, n'ayant pas été endommagé ou modifié pendant le transport ou l'entreposage.

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

8 Préparation de l'échantillon pour essai

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

Déterminer la teneur en eau en ajustant la taille de l'échantillon pour avoir entre 1 mg et 100 mg d'eau pour le titrage volumétrique (corps de la présente Norme internationale) et entre 10 µg et 10 mg pour le titrage coulométrique (Annexe B), en utilisant un appareil Karl Fischer et des réactifs qui ont été validés avec des solutions d'eau étalons couvrant toute la plage nécessaire. Pour la détermination volumétrique, une quantité minimale de 0,5 ml de réactif de Karl Fischer doit être utilisée pour le titrage.

9 Mode opératoire

9.1 Titre

Le titre doit être déterminé quotidiennement pour chaque flacon de solution de titrage.

9.1.1 Préparer l'instrument conformément aux recommandations d'étalonnage du fabricant.

9.1.2 Ajouter 20 ml à 40 ml de solvant de travail (5.1) dans la cellule de dosage. Il convient que le solvant recouvre les électrodes en platine.

9.1.3 Titrer le contenu de la cellule de dosage de manière à obtenir un point d'arrêt stable.

ATTENTION — Veiller à ne pas ajouter de solution de titrage en excès.

9.1.4 Déterminer le titre de la solution de titrage à l'aide de l'étalon d'eau (5.2) et d'une seringue (6.3). La masse de la prise d'essai est déterminée par différence.

9.1.4.1 Peser, à 0,1 mg près, environ 1 g d'étalon d'eau dans une seringue, placée sur la balance analytique (6.2).

À l'ouverture de l'ampoule, prélever une petite quantité d'eau étalon pour rincer la seringue — 1 ml à 2 ml environ suffisent. Rincer l'intérieur de la seringue et éliminer le volume de rinçage. Transférer ensuite immédiatement le reste de l'étalon d'eau dans la seringue et expulser les éventuelles bulles d'air. En utilisant la masse par différence, effectuer au moins trois injections avec la seringue.

9.1.4.2 Lorsque la masse indiquée est stable, tarer la balance.

9.1.4.3 Injecter l'échantillon d'eau dans la cellule de dosage et fermer la cellule.

9.1.4.4 Remettre la seringue sur la balance et noter la masse de l'eau injectée, à 0,1 mg près. La masse sera affichée sous forme de valeur négative.

9.1.4.5 Entrer la masse de l'échantillon dans l'instrument.

9.1.5 Démarrer le titrage et noter le titre lorsqu'un point d'arrêt stable est atteint. Certains instruments peuvent nécessiter un calcul du titre d'après le pourcentage d'eau affiché.

9.1.6 Faire la moyenne arithmétique d'au moins trois titrages et la noter.

9.1.7 Actualiser le titre de l'instrument en fonction du nouveau réglage.

Le titre, $\rho_{\text{solution titrage}}$, en milligrammes par millilitre, peut être calculé à l'aide de l'Équation (2):

$$\rho_{\text{solution titrage}} = \frac{m_{\text{étalon}} w_{\text{H}_2\text{O étalon}}}{V_{\text{solution titrage}}} \quad (2)$$

où

- $m_{\text{étalon}}$ est la masse, en grammes, de l'étalon d'eau;
- $w_{\text{H}_2\text{O étalon}}$ est la teneur en eau de l'étalon d'eau certifié;
- $V_{\text{solution titrage}}$ est le volume, en millilitres, de solution de titrage utilisée.

9.1.8 Il convient que le titre ne varie pas sensiblement d'un jour à l'autre en fonctionnement courant, sauf en cas d'ouverture d'un nouveau flacon de solution de titrage. Une variation de titre de plus de 10 % d'un jour à l'autre avec le même flacon de solution de titrage peut être le signe d'une anomalie. Si l'instrument a été réglé plus de 12 h avant utilisation, il convient de rincer la burette et de remplir à nouveau le flacon de solution de titrage avant de procéder au titrage. Changer l'agent déshydratant des flacons de réactif selon les recommandations du fabricant pour réduire au minimum la dérive de titrage du réactif.

9.2 Prise d'essai

9.2.1 Au moyen d'une seringue, peser et introduire une prise d'essai dans l'instrument, sur la base des masses indiquées dans le Tableau 1. Un volume d'au moins 0,5 ml de réactif de Karl Fischer doit être utilisé pour le titrage.

Tableau 1 — Tailles de la prise d'essai pour le titrage volumétrique

Teneur en eau de la prise d'essai fraction massique en %	Masse minimale de la prise d'essai ^a g	Teneur en eau de la prise d'essai mg
0,001	20	0,2
0,01	20	2
0,1	5	5
1	1	10
5	0,2	10
10	0,1	10
20	0,05	10

^a La masse exacte de la prise d'essai dépend de la précision requise et de la burette utilisée. Cependant, il convient que la masse de la prise d'essai soit inférieure à la masse de solvant. Le rapport échantillon/solvant est au maximum de 1 + 1.

9.2.2 Les masses des prises d'essai sont déterminées par différence.

9.2.2.1 Placer la prise d'essai, dans une seringue de taille appropriée, sur la balance.

9.2.2.2 Lorsque l'indication de masse est stable, tarer la balance.

9.2.2.3 Transférer immédiatement la prise d'essai de la seringue dans la cellule de dosage.

9.2.2.4 Remettre la seringue sur la balance. Lorsque l'indication de masse est stable, la noter à 0,1 mg près.

9.3 Détermination

9.3.1 Ajouter 20 ml à 40 ml de solvant de travail (5.1) dans la cellule de dosage. Il convient que le solvant recouvre les électrodes en platine.

9.3.2 Titrer le contenu de la cellule de dosage de manière à obtenir un point d'arrêt stable.

ATTENTION — Veiller à ne pas ajouter de solution de titrage en excès.

9.3.3 Peser la prise d'essai et l'introduire dans l'instrument conformément à 9.2.

9.3.4 Noter la teneur en eau de l'échantillon lorsqu'un point d'arrêt stable a été atteint.

9.3.5 Il est possible de soumettre à essai jusqu'à six prises d'essai avant de remplacer et de pré-titrer le solvant de travail.

9.3.5.1 Remplacer le solvant de travail en cas de formation d'un précipité indiquant que les prises d'essai ne se dissolvent pas complètement.

9.3.5.2 Pré-titrer le solvant de travail en cas de délai supérieur à 10 min entre l'analyse de prises d'essai réalisée dans la même solution de travail.

9.3.5.3 La quantité de solvant ajoutée dans la cellule de dosage, pour un système de solvant bicomposants, détermine la quantité maximale d'eau qui peut être titrée. Il convient que le volume de solvant ou de mélange de solvants permette une capacité de dosage de 60 mg à 100 mg d'eau.

9.3.5.4 Le nombre de prises d'essai qui peuvent être titrées avant le remplacement et le séchage de la solution de travail dépend de la solubilité de l'échantillon, de la capacité de dosage des systèmes de réactifs bicomposants et de la contenance de la cellule de dosage. Le volume initial de solvant de travail ajouté, dans le cas de réactifs bicomposants, détermine une quantité maximale d'eau pouvant être titrée. Le choix de six prises d'essai est indicatif mais peut varier en fonction de la teneur en eau, du titre de la solution de titrage et de la solubilité de l'échantillon.

STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

10 Expression des résultats ISO 8534:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/45985240-45a5-4c3f-824a->

Le calcul est effectué automatiquement par l'instrument ISO 8534:2008

La teneur en eau de la prise d'essai, $w_{\text{H}_2\text{O}} \text{ prise d'essai}$, en grammes pour 100 g, est calculée à l'aide de l'Équation (3):

$$w_{\text{H}_2\text{O}} \text{ prise d'essai} = \frac{V_{\text{solution titrage}} \rho_{\text{H}_2\text{O}} \times 100}{m_{\text{prise d'essai}} \times 1000} \quad (3)$$

où

$V_{\text{solution titrage}}$ est le volume, en millilitres, de solution de titrage utilisée;

$\rho_{\text{H}_2\text{O}}$ est le titre (équivalent en eau du réactif, en milligrammes d'eau par millilitre);

$m_{\text{prise d'essai}}$ est la masse, en grammes, de la prise d'essai.

11 Fidélité de la méthode

11.1 Essai interlaboratoires

Les détails de l'essai interlaboratoires relatifs à la fidélité de la méthode sont récapitulés dans l'Annexe A. Les valeurs obtenues lors de cet essai interlaboratoires ne peuvent pas être applicables à des gammes de concentrations et des matrices autres que celles indiquées.