
**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 5536:2009](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/flb25102-f007-4e85-9031-e8cc601bbf74/iso-5536-2009)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/flb25102-f007-4e85-9031-
e8cc601bbf74/iso-5536-2009](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/flb25102-f007-4e85-9031-e8cc601bbf74/iso-5536-2009)



Numéros de référence
ISO 5536:2009(F)
FIL 23:2009(F)

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 5536:2009](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/flb25102-f007-4e85-9031-e8cc601bbf74/iso-5536-2009)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/flb25102-f007-4e85-9031-e8cc601bbf74/iso-5536-2009>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO et FIL 2009

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'une ou l'autre des adresses 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.org
Web www.iso.org

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
Web www.fil-idf.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 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). Elle est publiée conjointement par l'ISO et la FIL.

[ISO 5536:2009](#)

Cette deuxième édition de l'ISO 5536|FIL 23 annule et remplace la première édition (ISO 5536|FIL 23:2002), qui a fait l'objet d'une révision technique.

Avant-propos

La **FIL (Fédération Internationale de Laiterie)** est une organisation sans but lucratif représentant le secteur laitier mondial. Les membres de la FIL se composent des Comités Nationaux dans chaque pays membre et des associations laitières régionales avec lesquelles la FIL a signé des accords de coopération. Tout membre de la FIL a le droit de faire partie des Comités permanents de la FIL auxquels sont confiés les travaux techniques. La FIL collabore avec l'ISO pour l'élaboration de méthodes normalisées d'analyse et d'échantillonnage pour le lait et les produits laitiers.

La tâche principale des Comités permanents est d'élaborer les Normes internationales. Les projets de Normes internationales adoptés par les Comités permanents sont soumis aux Comités Nationaux pour approbation avant publication en tant que Norme internationale. La publication comme Norme internationale requiert l'approbation de 50 % au moins des Comités Nationaux de la FIL 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. La FIL 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). Elle est publiée conjointement par l'ISO et la FIL.

L'ensemble des travaux a été confié à l'Équipe d'Action mixte ISO-FIL, *Eau*, du Comité permanent, *Principaux composants du lait*, sous la conduite de son chef de projet, M. H.-D. Isengard (Allemagne).

Cette édition de l'ISO 5536|FIL 23 annule et remplace l'ISO 5536|FIL 23:2002, qui a fait l'objet d'une révision technique.

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

1 Domaine d'application

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

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

2 Termes et définitions

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

2.1

teneur en eau des produits à base de matière grasse laitière

w_{H_2O}

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

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f1b25102-f007-4e85-9031->

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

3 Principe

L'échantillon pour essai est directement titré, à une température d'environ 40 °C, avec un réactif de Karl Fischer à deux composants disponible dans le commerce. La teneur en eau est calculée 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 ambiante.

4.1 Réactif de Karl Fischer (KF), réactif à deux composants, exempt de pyridine et disponible dans le commerce, comprenant un agent de titrage (4.2) et un solvant.

Le cas échéant, un réactif KF monocomposant exempt de pyridine, comprenant uniquement un agent de titrage (4.2) peut aussi être utilisé. Dans ce cas, utiliser du méthanol (4.6) comme solvant.

4.2 Agent de titrage.

L'agent de titrage du réactif KF (4.1) doit avoir un équivalent en eau d'environ 2 mg/ml.

4.3 Octanol-1 (C₈H₁₇OH).

4.4 Milieu de travail.

Préparer le milieu de travail en mélangeant des volumes égaux du solvant du réactif KF (4.1) et d'octanol-1 (4.3) (1+1) directement dans la cellule de titrage de l'appareil KF (5.1).

4.5 Étalon d'eau, $w_{H_2O} = 10$ mg/g.

Pour déterminer l'équivalent en eau de l'agent de titrage, utiliser un étalon d'eau liquide disponible dans le commerce.

4.6 Méthanol (CH₃OH), contenant une fraction massique d'eau de 0,05 % au plus.

5 Appareillage

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

S'assurer que tout l'appareillage est parfaitement sec avant utilisation.

5.1 **Appareil Karl Fischer (KF)**. Utiliser un appareil automatique de titrage volumétrique KF, muni d'une burette ayant une capacité de 5 ml (de préférence) ou de 10 ml et d'une cellule de titrage à double paroi comportant un raccord d'entrée et de sortie d'eau pour réaliser le titrage à environ 40 °C.

5.2 **Bain-marie**, permettant de maintenir une température de 40 °C ± 5 °C; équipé d'un thermostat et d'une pompe pour chauffer la cellule de titrage à double paroi de l'appareil KF (5.1).

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

5.4 **Seringues à usage unique**, de 5 ml ou 10 ml de capacité, pour le dosage de l'étalon d'eau (4.5) et de la prise d'essai (7.5).

6 Échantillonnage

Il convient que le laboratoire reçoive un échantillon représentatif qui n'ait pas été endommagé ou modifié 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 | FIL 50^[1].

7 Mode opératoire

7.1 Dérive de l'appareil KF

7.1.1 Chaque jour et/ou en cas de changement des conditions de travail, déterminer la dérive de l'appareil KF (5.1), comme suit.

Homogénéiser environ 30 ml du milieu de travail (4.4) dans la cellule de titrage de l'appareil KF (5.1). Chauffer la cellule et son contenu dans le bain-marie (5.2) maintenu à 40 °C. Pré-titrer le milieu de travail. Puis effectuer un titrage pendant 5 min (sans ajouter d'échantillon pour essai).

IMPORTANT — À chaque titrage, les électrodes de l'appareil KF doivent baigner complètement dans le milieu de travail utilisé.

7.1.2 Calculer la dérive de l'appareil KF, q_V , exprimée en millilitres par minute, à l'aide de l'Équation (1):

$$q_V = \frac{V_d}{t} \quad (1)$$

où

V_d est le volume, en millilitres, d'agent de titrage (4.2) utilisé au cours du titrage (7.1.1);

t est la durée, en minutes.

Ou bien calculer la dérive de l'appareil KF, q_m , exprimée en milligrammes par minute, à l'aide de l'Équation (2):

$$q_m = \frac{V_d \rho_e}{t} \quad (2)$$

où ρ_e est l'équivalent en eau (7.2) de l'agent de titrage (4.2), en milligrammes par millilitre, utilisé au cours du titrage (7.1.1).

7.2 Équivalent en eau de l'agent de titrage du réactif KF

7.2.1 Titrage

iTeh STANDARD PREVIEW

Pour calculer exactement, à chaque détermination, l'équivalent en eau de l'agent de titrage, effectuer le titrage décrit dans le présent paragraphe et l'étape de calcul (7.2.2) cinq fois.

Homogénéiser environ 30 ml du milieu de travail (4.4) dans la cellule de titrage de l'appareil KF (5.1) (voir aussi la remarque «important» en 7.1.1). Chauffer la cellule et son contenu dans le bain-marie (5.2) maintenu à 40 °C. Pré-titrer le milieu de travail.

Prélever entre 0,6 g et 0,9 g de l'étalon d'eau (4.5) (correspondant à environ 6 mg à 9 mg d'eau) dans une seringue à usage unique (5.4). Peser la seringue avec son contenu et enregistrer sa masse à 0,1 mg près.

Il est également possible de prélever dans la seringue plus de 0,6 g à 0,9 g de l'étalon d'eau et d'utiliser ce même prélèvement pour plusieurs titrages successifs. Dans ce cas, il convient d'utiliser aussi environ 0,6 g à 0,9 g de l'étalon d'eau à chaque titrage et de calculer la quantité exacte chaque fois en pesant la seringue et le contenu restant après chaque injection.

Ajouter l'étalon d'eau dans la cellule de titrage. Peser une fois encore la seringue vide et enregistrer sa masse à 0,1 mg près. Soustraire la masse de la seringue vide de celle de la seringue contenant l'étalon d'eau avant d'ajouter l'étalon d'eau dans la cellule, afin d'obtenir la masse nette d'étalon d'eau ajoutée dans la cellule de titrage, $m_{w,i}$ (pour $i = 1 \dots 5$). Enregistrer la masse nette d'étalon d'eau ajoutée, à 0,1 mg près.

Effectuer un titrage en utilisant comme critère de fin de titrage un temps de retard de 10 s décrit en 7.3. Pour $i = 1 \dots 5$, relever le volume d'agent de titrage, $V_{\rho_e,i}$, en millilitres.

Ne pas procéder à plus de trois titrages sur une même prise de milieu de travail.

Après trois titrages effectués sur une même prise, répéter le titrage en mélangeant de nouveau 30 ml du milieu de travail (4.4) dans la cellule de titrage de l'appareil.

7.2.2 Calcul

Calculer l'équivalent en eau de l'agent de titrage, $\rho_{e,i}$, exprimé en milligrammes d'eau par millilitre, comme étant la valeur moyenne de cinq titrages isolés (7.2.1) (pour $i = 1 \dots 5$), à l'aide de l'Équation (3):

$$\rho_{e,i} = \frac{m_{w,i} w_{H_2O,s}}{V_{\rho_{e,i}}} \quad (3)$$

où

- $m_{w,i}$ est la masse, en grammes, d'étalon d'eau utilisée pour le titrage i (7.2.1);
- $w_{H_2O,s}$ est la fraction massique d'eau, en milligrammes par gramme, contenue dans l'étalon d'eau;
- $V_{\rho_{e,i}}$ est le volume, en millilitres, d'agent de titrage (4.2) utilisé lors du titrage i (7.2.1).

7.2.3 Valeur moyenne

Calculer la valeur moyenne de l'équivalent en eau de l'agent de titrage, ρ_e , exprimé en milligrammes d'eau par millilitre, comme étant la valeur moyenne de cinq titrages isolés (7.2.1) (pour $i = 1 \dots 5$), à l'aide de l'Équation (4):

$$\rho_e = \frac{\sum_{i=1}^5 \rho_{e,i}}{5} \quad (4)$$

7.2.4 Expression de l'équivalent en eau

Exprimer la valeur (moyenne) de l'équivalent en eau avec trois décimales.

7.3 Critère de fin de titrage

ISO 5536:2009

En fonction des caractéristiques du matériel utilisé, le critère de fin de titrage doit être soit un temps de retard au point final de 10 s soit une dérive d'arrêt légèrement supérieure à la dérive mesurée (7.1).

7.4 Préparation de l'échantillon pour essai

Homogénéiser l'échantillon pour essai en mélangeant soigneusement à une température comprise entre 35 °C et 40 °C, afin d'obtenir une dispersion complète de l'eau.

7.5 Détermination

Homogénéiser environ 30 ml du milieu de travail (4.4) dans la cellule de titrage de l'appareil KF (5.1) (voir également la remarque «important» en 7.1.1). Chauffer la cellule et son contenu dans le bain-marie (5.2) maintenu à 40 °C. Pré-titrer le milieu de travail.

Prélever environ 5 g d'échantillon pour essai (7.4) dans une seringue à usage unique (5.4). Peser la seringue et la prise d'essai et enregistrer la masse totale à 0,1 mg près.

Ajouter la prise d'essai dans la cellule de titrage. Peser de nouveau la seringue vide et enregistrer sa masse à 0,1 mg près. Soustraire la masse de la seringue de celle de la seringue contenant la prise d'essai pour obtenir la masse nette de la prise d'essai, m . Enregistrer la masse nette à 0,1 mg près.

Effectuer un titrage et enregistrer le volume d'agent de titrage, V , en millilitres. Ne pas procéder à plus de trois titrages sur une même prise de milieu de travail.

Si le titrateur ne calcule pas automatiquement les résultats (voir 8.1), enregistrer la durée de titrage, t .

Il est recommandé d'effectuer plusieurs répliques pour chaque échantillon, afin d'obtenir des résultats plus exacts. Dans ce cas, relever pour chaque réplique, i , la masse de la prise d'essai spécifique, m_i , le volume d'agent de titrage, V_i , et la durée du titrage, t_i .

8 Calcul et expression des résultats

8.1 Calcul

Si elle est disponible, il est aussi possible d'utiliser la fonction de calcul automatique appropriée du titrateur.

8.1.1 Calculer la teneur en eau de l'échantillon pour essai, $w_{\text{H}_2\text{O}}$, exprimée en fraction massique en pourcentage, à l'aide de l'Équation (5) ou (6):

$$w_{\text{H}_2\text{O}} = \frac{(V - q_V t) \rho_e}{m} \times 100 \quad (5)$$

ou

$$w_{\text{H}_2\text{O}} = \frac{V \rho_e - q_m t}{m} \times 100 \quad (6)$$

où

V est le volume, en millilitres, de réactif de titrage (7.5);

q_V est la valeur numérique de la dérive (7.1.2), en millilitres par minute;

q_m est la valeur numérique de la dérive (7.1.2), en milligrammes par minute;

t est la durée du titrage, en minutes (7.5);

ρ_e est l'équivalent en eau de l'agent de titrage, en milligrammes par millilitre (7.2.3);

m est la masse de la prise d'essai, en milligrammes (7.5).

8.1.2 Si n répliques ont été effectuées sur un échantillon, calculer pour chacune des répliques, i , la teneur en eau spécifique de l'échantillon pour essai, $w_{\text{H}_2\text{O},i}$, exprimée en fraction massique en pourcentage, à l'aide de l'Équation (7) ou (8):

$$w_{\text{H}_2\text{O},i} = \frac{(V_i - q_V t_i) \rho_e}{m_i} \times 100 \quad (7)$$

où

$$w_{\text{H}_2\text{O},i} = \frac{V_i \rho_e - q_m t_i}{m_i} \times 100 \quad (8)$$

où

V_i est le volume, en millilitres, de réactif de titrage pour la réplique i (7.5);

t_i est la durée du titrage, en minutes, pour la réplique i (7.5);

m_i est la masse, en milligrammes, de la prise d'essai pour la réplique i (7.5);

i est le nombre de répliques pour $i = 1$ à n .