
**Lactose — Détermination de la teneur en
eau — Méthode de Karl Fischer**

Lactose — Determination of water content — Karl Fischer method

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 12779:2011

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/879229b7-648f-4f45-a3e4-108c6099cd7b/iso-12779-2011>



Numéros de référence
ISO 12779:2011(F)
FIL 227:2011(F)

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/879229b7-648f-4f45-a3e4-108c6099cd7b/iso-12779-2011>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO et FIL 2011

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 du Lait
Silver Building • Boulevard Auguste Reyers 70/B • 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 12779|FIL 227 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits alimentaires*, sous-comité SC 5, *Lait et produits laitiers*, et la Fédération Internationale du Lait (FIL). Elle est publiée conjointement par l'ISO et la FIL.

[ISO 12779:2011](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/879229b7-648f-4f45-a3e4-108c6099cd7b/iso-12779-2011)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/879229b7-648f-4f45-a3e4-108c6099cd7b/iso-12779-2011>

Avant-propos

La **FIL (Fédération Internationale du Lait)** 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 12779|FIL 227 a été élaborée par la Fédération Internationale du Lait (FIL) et le comité technique ISO/TC 34, *Produits alimentaires*, sous-comité SC 5, *Lait et produits laitiers*. Elle est publiée conjointement par la FIL et l'ISO.

L'ensemble des travaux a été confié au Groupe de Projet mixte ISO-FIL (CO9), *Détermination de la teneur en eau du lactose par la méthode de Karl Fischer* du Comité permanent, *Méthodes analytiques pour la composition* (SCAMC) sous la conduite de son chef de projet, Prof. Dr. H.-D. Isengard (Allemagne).

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/879229b7-648f-4445-a3e4-108c6099cd7b/iso-12779-2011>

Lactose — 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 du lactose par la méthode titrimétrique de Karl Fischer (KF).

2 Principe

L'échantillon pour essai est titré directement 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.

Le titrage à une température d'environ 40 °C donne des temps de titrage plus courts et des points finals plus clairs. L'utilisation d'un réactif de Karl Fischer monocomposant (3.1) n'est possible qu'à cette température ou à des températures plus élevées.

(standards.iteh.ai)

3 Réactifs

ISO 12779:2011

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/879229b7-648f-4f45-a3e4->

Sauf spécification contraire, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et uniquement de l'eau distillée ou déminéralisée ou de l'eau de pureté équivalente. Éviter toute absorption d'humidité provenant du milieu environnant.

3.1 Réactif de Karl Fischer (KF)¹⁾ Le réactif de KF est disponible dans le commerce sous forme d'un réactif à deux composants, exempt de pyridine, comprenant un agent de titrage (3.2) et un solvant (3.3). L'agent de titrage (3.2) est une solution méthanolique d'iode et le solvant (3.3) est une solution méthanolique de dioxyde de soufre et d'une base appropriée (par exemple imidazole).

En variante, un réactif de KF monocomposant exempt de pyridine, comprenant uniquement un agent de titrage, peut également être utilisé. L'agent de titrage (3.2) est une solution d'iode, de dioxyde de soufre et d'une base appropriée (par exemple imidazole) dans un solvant approprié (par exemple diéthylène glycol monoéthyl éther). Le solvant (3.3) est du méthanol (3.5). Cette combinaison d'un réactif de titrage monocomposant et de méthanol n'est recommandée que si le titrage est réalisé à une température d'environ 40 °C ou plus.

3.2 Agent de titrage. L'agent de titrage du réactif de KF (3.1) doit avoir un équivalent en eau d'environ 2 mg/ml d'eau.

L'utilisation d'un réactif de KF ayant un équivalent en eau d'environ 5 mg/ml d'eau est également possible si un appareil de KF muni d'une burette de capacité 5 ml est utilisé (4.1).

1) Hydranal[®]-Titrant 2/Hydranal[®]-Solvant de Sigma-Aldrich et apura[®] Titrant 2/apura[®] Solvant de Merck sont des exemples de systèmes à deux composants disponibles dans le commerce. Hydranal[®]-Composite 2 de Sigma-Aldrich et apura[®] CombiTitrant 2 de Merck sont des exemples de réactifs monocomposant disponibles dans le commerce. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs du présent document et ne signifie nullement que l'ISO ou la FIL approuvent ou recommandent l'emploi exclusif des produits ainsi désignés.

3.3 Solvant. Le solvant du réactif de KF est tel que spécifié en 3.1.

3.4 Étalon d'eau, $w(\text{H}_2\text{O}) = 10 \text{ mg/g}$.

Pour déterminer l'équivalent en eau de l'agent de titrage, utiliser un étalon d'eau liquide disponible dans le commerce contenant 10 mg/g d'eau.

3.5 Méthanol (CH_3OH), contenant une fraction massique d'eau de 0,05 % au plus.

4 Appareillage

Matériel courant de laboratoire et, en particulier, ce qui suit. L'équipement doit être parfaitement sec lors de son utilisation.

4.1 Appareil Karl Fischer (KF). Utiliser un appareil KF automatique de titrage volumétrique, muni de préférence d'une burette ayant une capacité de 10 ml.

En cas d'utilisation d'un réactif de Karl Fischer ayant un équivalent en eau d'environ 5 mg/ml d'eau, il est recommandé que la burette ait une capacité de 5 ml (voir 3.2).

Pour des titrages plus rapides à environ 40 °C, utiliser une cellule de titrage à double paroi comportant un raccord d'entrée et de sortie d'eau afin de réaliser le titrage.

4.2 Bain-marie, capable de maintenir une température d'eau 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 (4.1).

NOTE L'utilisation d'un bain-marie équipé d'un thermostat n'est nécessaire que si les titrages s'effectuent à des températures supérieures à la température ambiante.

4.3 Balance analytique, capable de peser à 1 mg près, avec une résolution de 0,1 mg.

4.4 Seringues à usage unique, de capacité 5 ml ou 10 ml pour la quantification de l'étalon d'eau (3.4).

4.5 Cuillère de pesée en verre, pour le dosage de l'échantillon pour essai.

5 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 indiquée dans l'ISO 707|FIL 50^[1].

6 Mode opératoire

6.1 Dérive de l'appareil KF

6.1.1 Chaque jour et/ou en cas de changement des conditions de travail, déterminer la dérive de l'appareil KF (4.1) comme suit.

Introduire environ 30 ml de solvant (3.3) dans la cellule de titrage de l'appareil KF (4.1). Pré-titrer le solvant. Puis effectuer un titrage pendant 5 min (sans ajouter d'échantillon pour essai).

Si les déterminations (6.5) sont réalisées à 40 °C, chauffer la cellule et son contenu à l'aide du bain-marie (4.2) maintenu à 40 °C avant de pré-titrer le solvant et d'effectuer le titrage sans ajouter d'échantillon pour essai.

IMPORTANT — À chaque titrage, les électrodes de l'appareil KF doivent être complètement immergées dans le solvant.

6.1.2 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 (3.2) utilisé au cours du titrage (6.1.1);

t est la durée, en minutes.

Ou bien calculer la dérive de l'appareil KF, q_m , en milligrammes d'eau 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 (6.2) de l'agent de titrage (3.2) utilisé au cours du titrage (6.1.1), exprimé en milligrammes d'eau par millilitre.

iTech STANDARD PREVIEW
 (standards.iteh.ai)

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

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/879229b7-648f-4f45-a3e4-108c6099cd7b/iso-12779-2011>

6.2.1 Titrage

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/879229b7-648f-4f45-a3e4-108c6099cd7b/iso-12779-2011>

Pour calculer exactement l'équivalent en eau de l'agent de titrage, ρ_e , effectuer cinq fois le titrage décrit dans le présent paragraphe et l'étape de calcul (6.2.2).

Introduire environ 30 ml de solvant (3.3) dans la cellule de titrage de l'appareil KF (4.1) (voir également 6.1.1) et pré-titrer le solvant.

NOTE L'équivalent en eau de l'agent de titrage n'est pas fonction de la température. Il n'est donc pas nécessaire de chauffer la cellule de titrage en vue des déterminations de l'équivalent en eau. Si les déterminations (6.5) sont effectuées à 40 °C, l'équivalent en eau peut également être déterminé à 40 °C. Dans ce cas, la cellule et son contenu sont chauffés à 40 °C à l'aide du bain-marie (4.2) avant de procéder aux titrages.

Prélever entre 0,6 g et 0,9 g de l'étalon d'eau (3.4) (correspondant à une quantité de 6 mg à 9 mg d'eau) dans une seringue à usage unique (4.4). Peser la seringue avec son contenu et enregistrer la masse à 0,1 mg près.

Il est également possible de prélever à l'aide de la seringue plus de 0,6 g à 0,9 g de l'étalon d'eau et d'utiliser le même prélèvement pour plusieurs titrages successifs, mais il est alors important d'effectuer les titrages immédiatement l'un après l'autre. 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 à chaque fois en pesant la seringue et le contenu restant après chaque injection.

NOTE Il est possible d'utiliser une petite quantité (approximativement une goutte provenant d'une seringue) d'eau pure à la place d'un étalon d'eau commercial uniquement pour des laboratoires très expérimentés. Même de faibles erreurs de pesée conduisent à des écarts énormes dans le résultat puisqu'elles ont une incidence de 100 %.

Ajouter la quantité de l'étalon d'eau contenue dans la seringue dans la cellule de titrage. Repeser 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. Enregistrer la masse nette, $m_{\text{H}_2\text{O}_i}$, d'étalon d'eau ajoutée, à 0,1 mg près pour chaque titrage ($i = 1 \dots 5$).

Effectuer un titrage en utilisant comme critère de fin de titrage le temps de retard de 10 s décrit en 6.3. Pour $i = 1 \dots 5$, relever le volume d'agent de titrage utilisé, $V_{\rho_{e,i}}$, en millilitres.

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

À l'issue de trois titrages effectués sur une même prise, vider la cellule de titrage et procéder à des titrages supplémentaires en ajoutant de nouveau environ 30 ml de solvant dans la cellule de titrage de l'appareil KF, en pré-titrant le solvant et en procédant de la même manière que précédemment.

6.2.2 Calcul

Calculer l'équivalent en eau de l'agent de titrage, $\rho_{e,i}$, exprimé en milligrammes d'eau par millilitre, à l'aide de l'Équation (3):

$$\rho_{e,i} = \frac{m_{\text{H}_2\text{O}_i} w_{\text{H}_2\text{O},s}}{V_{\rho_{e,i}}} \quad (3)$$

où

$m_{\text{H}_2\text{O}_i}$ est la masse, en grammes, d'étalon d'eau utilisée pour le titrage i (6.2.1);

$w_{\text{H}_2\text{O},s}$ 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 (3.2) utilisé au cours du titrage i (6.2.1).

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/879229b7-648f-4445-a3e4-108c6099cd7b/iso-12779-2011>

6.2.3 Valeur moyenne

Calculer l'équivalent en eau de l'agent de titrage, ρ_e , exprimé en milligrammes d'eau par millilitre, comme étant la valeur moyenne des cinq ($i = 1 \dots 5$) titrages individuels (6.2.1) à l'aide de l'Équation (4):

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

6.2.4 Expression des équivalents en eau

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

6.3 Critère de fin de titrage

En fonction des caractéristiques du matériel utilisé, le critère d'arrêt doit être soit un temps de retard de 10 s, soit une dérive d'arrêt légèrement supérieure à la dérive mesurée (6.1).

6.4 Préparation de l'échantillon pour essai

Homogénéiser l'échantillon pour essai en mélangeant soigneusement la poudre.

6.5 Détermination

Introduire environ 30 ml de solvant (3.3) dans la cellule de titrage de l'appareil KF (4.1). En cas d'utilisation d'un réactif de KF monocomposant (3.1) ou si des durées de titrage plus courtes sont préférées, chauffer la cellule et son contenu à l'aide du bain-marie (4.2) maintenu à environ 40 °C.

À l'aide de la cuillère de pesée en verre (4.5), prélever environ 0,3 g d'échantillon pour essai (6.4). Peser la cuillère et la prise d'essai et enregistrer la masse à 0,1 mg près.

Ajouter la prise d'essai dans la cellule de titrage en ouvrant et en fermant rapidement le bouchon équipé d'un septum. Repeser la cuillère de pesée vide et enregistrer sa masse à 0,1 mg près. Soustraire la masse de la cuillère de celle de la cuillère contenant la prise d'essai afin d'obtenir la masse nette de la prise d'essai, m , enregistrée 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 deux titrages sur une même prise de solvant.

Si le titrateur ne calcule pas automatiquement les résultats (voir 7.1), enregistrer la durée du titrage, t .

Il est recommandé d'effectuer plusieurs répétitions pour chaque échantillon afin d'obtenir des résultats plus précis. Dans ce cas, relever pour chaque répétition, 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 .

7 Calcul et expression des résultats

7.1 Calcul

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

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

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

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

où

V est le volume, en millilitres, d'agent de titrage (6.5);

q_V est la valeur numérique de la dérive, en millilitres par minute (6.1.2);

q_m est la valeur numérique de la dérive, en milligrammes d'eau par minute (6.1.2);

t est la durée du titrage, en minutes (6.5);

ρ_e est l'équivalent en eau de l'agent de titrage, en milligrammes d'eau par millilitre (6.2.3);

m est la masse de la prise d'essai, en milligrammes (6.5).