
Norme internationale



939

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION • МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ • ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

Épices — Détermination de la teneur en eau — Méthode par entraînement

Spices and condiments — Determination of moisture content — Entrainment method

Première édition — 1980-05-01

ITEH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 939:1980

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f89fla33-f31f-46b0-8d73-168f57cad849/iso-939-1980>

CDU 633.82/.84 : 543.81

Réf. n° : ISO 939-1980 (F)

Descripteurs : produit agricole, épice, analyse chimique, eau, méthode par entraînement azéotropique.

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 confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique correspondant. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO, participent également aux travaux.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes internationales par le Conseil de l'ISO.

La Norme internationale ISO 939 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits agricoles alimentaires*.

Elle fut soumise directement au Conseil de l'ISO, conformément au paragraphe 5.10.1 de la partie 1 des Directives pour les travaux techniques de l'ISO. Elle annule et remplace la Recommandation ISO/R 939:1969, qui avait été approuvée par les comités membres des pays suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	Égypte, Rép. arabe d'	Portugal
Allemagne, R. F.	France	Roumanie
Australie	Grèce	Royaume-Uni
Brésil	Hongrie	Tchécoslovaquie
Bulgarie	Inde	Thaïlande
Chili	Iran	Turquie
Colombie	Israël	URSS
Corée, Rép. de	Pologne	Yougoslavie

Le comité membre du pays suivant l'avait désapprouvée pour des raisons techniques :

Pays-Bas

Épices — Détermination de la teneur en eau — Méthode par entraînement

0 Introduction

La présente Norme internationale est applicable à la majorité des épices. Toutefois, en raison du nombre et de la diversité de celles-ci, il peut être nécessaire, dans des cas particuliers, d'apporter certaines modifications à la méthode, ou même de choisir une autre méthode plus appropriée.

Ces modifications et ces autres méthodes seront indiquées dans les Normes internationales propres aux spécifications des épices considérées.

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination de la teneur en eau des épices.

2 Références

ISO 948, *Épices — Échantillonnage*.

ISO 2825, *Épices — Préparation d'un échantillon moulu pour analyse*.

3 Définition

teneur en eau : Quantité d'eau, exprimée en pourcentage en masse, entraînée et recueillie selon la méthode spécifiée dans la présente Norme internationale.

4 Principe

Détermination de la quantité d'eau entraînée par distillation azéotropique, en utilisant un liquide organique non miscible à l'eau, et recueillie dans un tube gradué.

5 Réactif

5.1 Toluène.

Saturer le toluène en l'agitant avec une petite quantité d'eau et distiller. Utiliser le distillat pour la détermination de la teneur en eau.

NOTE — Différents solvants sont utilisés pour la détermination de la teneur en eau. Sauf prescription contraire dans la Norme internationale propre à la spécification de l'épice considérée, le toluène doit être le solvant utilisé pour la détermination.

6 Appareillage

6.1 Appareil de distillation (un type approprié d'appareil est décrit dans l'annexe et est représenté par la figure), comprenant les éléments suivants reliés au moyen de joints en verre rodés :

6.1.1 Ballon, à col court, d'au moins 500 ml de capacité.

6.1.2 Réfrigérant à reflux.

6.1.3 Récepteur, muni d'un tube gradué, placé entre le ballon et le réfrigérant.

6.2 Balance analytique.

7 Échantillonnage

Échantillonner le produit selon la méthode spécifiée dans l'ISO 948.

8 Mode opératoire

8.1 Préparation de l'appareil

Nettoyer l'ensemble de l'appareil avec un mélange de dichromate de potassium et d'acide sulfurique, afin de réduire l'adhérence des gouttes d'eau sur les parois du réfrigérant et du tube récepteur. Rincer soigneusement à l'eau et sécher complètement avant l'emploi.

8.2 Préparation de l'échantillon pour essai

Préparer l'échantillon pour essai selon la méthode spécifiée dans l'ISO 2825.

8.3 Prise d'essai

Peser, à 0,01 g près, environ 40 g de l'échantillon pour essai (8.2), de manière que la quantité d'eau recueillie ne dépasse pas 4,5 ml.

8.4 Détermination

Transvaser quantitativement la prise d'essai (8.3) dans le ballon de distillation (6.1.1) avec du toluène (5.1), ajouter suffisamment de toluène (environ 75 ml au total) pour recouvrir complètement la prise d'essai, et mélanger par un mouvement de rotation du ballon. Monter l'appareil et remplir le récepteur (6.1.3)

avec le toluène, en le versant à travers le réfrigérant à reflux (6.1.2), jusqu'à ce qu'il commence à se déverser dans le ballon de distillation. Insérer, si nécessaire, un tampon lâche de coton en haut du réfrigérant ou y adapter un petit tube contenant du chlorure de calcium pour éviter la condensation de l'humidité atmosphérique dans le tube du réfrigérant. Afin de régulariser le reflux, envelopper le ballon et le tube conduisant au tube récepteur avec de l'amiante. Chauffer le ballon de façon que le débit du distillat soit environ de 100 gouttes par minute. Lorsque la plus grande partie de l'eau a été entraînée, augmenter la vitesse de distillation à environ 200 gouttes par minute, et continuer jusqu'à ce que l'on ne recueille plus d'eau. Purger le réfrigérant à reflux de temps en temps pendant la distillation avec des fractions de 5 ml du toluène pour faire descendre, par rinçage, toute l'eau adhérent aux parois du réfrigérant. L'eau du tube gradué peut être séparée du toluène, en passant de temps en temps une spirale de fil de cuivre de haut en bas dans le réfrigérant et le tube gradué, ce qui amène l'eau à se rassembler au fond du tube. Distiller à reflux jusqu'à ce que le niveau de l'eau reste constant dans le tube durant 30 min, puis arrêter le chauffage.

Laver le réfrigérant avec du toluène en utilisant la spirale de fil de cuivre pour enlever toute gouttelette d'eau adhérente, si nécessaire.

Immerger le tube dans l'eau à la température ambiante durant au moins 15 min ou jusqu'à ce que la couche de toluène soit limpide; ensuite, lire le volume d'eau.

9 Expression des résultats

La teneur en eau, exprimée en pourcentage en masse, est égale à

$$\frac{100 V}{m}$$

où

V est le volume, en millilitres, d'eau recueillie;

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai.

Il est supposé que la masse volumique de l'eau est exactement de 1 g/ml.

10 Procès-verbal d'essai

Le procès-verbal d'essai doit indiquer la méthode utilisée et le résultat 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.

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

ISO 939:1980

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f89fa33-b1f46b0-8d73-168f57cad849/iso-939-1980>

Annexe

Exemple d'appareil de distillation par entraînement

(Cette annexe ne fait pas partie intégrante de la norme.)

L'appareil consiste en un ballon en verre, chauffé par un moyen approprié, et pourvu d'un réfrigérant à reflux se déversant dans un tube récepteur et relié au ballon. Les connections entre le récepteur, le réfrigérant et le ballon doivent être des joints en verre rodés interchangeables. Le tube sert à recueillir et mesurer l'eau condensée et à renvoyer le solvant dans le ballon. Le montage de l'appareil est représenté à la figure, et ses différentes parties sont décrites ci-dessous.

a) **Ballon**, de 500 ml de capacité, ayant la forme représentée à la figure, en verre résistant à la chaleur, bien recuit et aussi exempt que possible de stries et d'autres défauts similaires.

b) **Réfrigérant à reflux**, en verre, refroidi par l'eau, muni d'un manchon d'environ 400 mm de longueur et d'un tube intérieur de 9,5 à 12,5 mm de diamètre extérieur. L'extrémité du réfrigérant qui doit être introduite dans le tube peut être biseautée suivant un angle de 30° par rapport à l'axe vertical du réfrigérant. Lorsque celui-ci est introduit dans le tube, l'extrémité du réfrigérant se trouve entre 6 et 7 mm au-dessus de la surface du liquide dans le tube, après que les conditions de la distillation ont été établies.

c) **Tube récepteur**, de 5 ml de capacité, en verre résistant à la chaleur, bien recuit et aussi exempt que possible de stries et d'autres défauts similaires, muni de joints en verre rodés et ayant la forme, les dimensions et les tolérances indiquées sur la figure; il comprend essentiellement la chambre supérieure, le tube et un joint rodé conduisant au ballon et le tube gradué. La partie graduée a une capacité de 5 ml jusqu'au trait de graduation le plus élevé.

La graduation doit s'étendre de 0 à 5 ml par intervalles de 0,1 ml. Les traits de graduation correspondant à chaque millilitre sont numérotés et doivent faire le tour complet du tube. Les traits de graduation situés à mi-intervalle entre les traits numérotés s'étendent sur les trois-quarts de la circonférence du tube, et les traits restants s'étendent sur la moitié de cette circonférence. L'erreur sur la capacité indiquée ne dépasse pas 0,05 ml.

d) **Source de chaleur**, soit un bain d'huile, soit un réchaud électrique muni d'un rhéostat ou de tout autre moyen de réglage du chauffage.

La température de l'huile du bain ne doit pas être beaucoup plus élevée que le point d'ébullition du toluène.

e) **Fil de cuivre**, assez long pour pouvoir traverser le réfrigérant, et ayant une extrémité tordue en spirale. Le diamètre de la spirale doit lui permettre d'entrer juste dans la portion graduée du tube et ensuite de pouvoir s'y mouvoir de haut en bas.

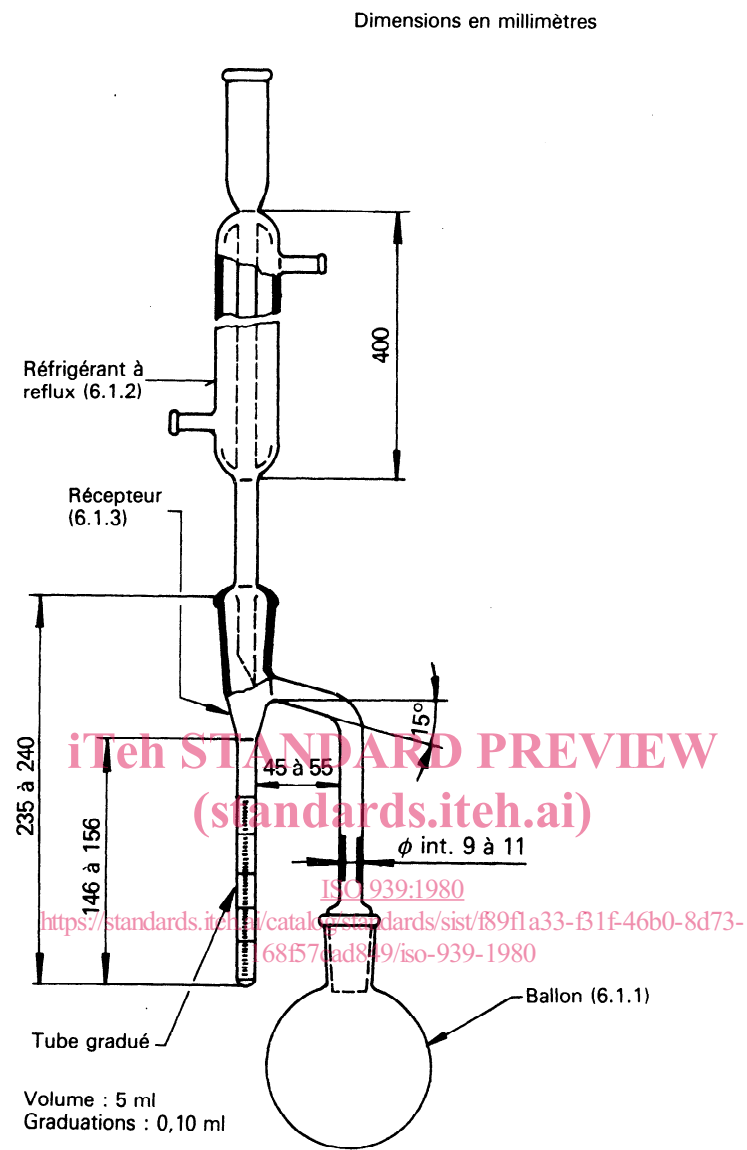


Figure — Appareil de distillation

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 939:1980

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f89f1a33-f31f-46b0-8d73-168f57cad849/iso-939-1980>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 939:1980

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f89f1a33-f31f-46b0-8d73-168f57cad849/iso-939-1980>