
**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 8534:2017](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/24e959b6-8136-4c02-8ae4-30ef9dd6d017/iso-8534-2017)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/24e959b6-8136-4c02-8ae4-30ef9dd6d017/iso-8534-2017>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 8534:2017](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/24e959b6-8136-4c02-8ae4-30ef9dd6d017/iso-8534-2017)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/24e959b6-8136-4c02-8ae4-30ef9dd6d017/iso-8534-2017>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2017, Publié en Suisse

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, 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, l'affichage sur l'internet ou sur un Intranet, sans autorisation écrite préalable. Les demandes d'autorisation peuvent être adressées à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Ch. de Blandonnet 8 • CP 401
CH-1214 Vernier, Geneva, Switzerland
Tel. +41 22 749 01 11
Fax +41 22 749 09 47
copyright@iso.org
www.iso.org

Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
Introduction.....	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principe	1
5 Réactifs	2
6 Appareillage	2
7 Échantillonnage	2
8 Préparation de l'échantillon pour essai	3
9 Mode opératoire	3
9.1 Titre.....	3
9.2 Prise d'essai.....	4
9.3 Détermination.....	5
10 Expression des résultats	5
11 Fidélité de la méthode	6
11.1 Essai interlaboratoires.....	6
11.2 Répétabilité.....	6
11.3 Reproductibilité.....	6
12 Rapport d'essai	6
Annexe A (informative) Résultats des essais interlaboratoires	7
Annexe B (informative) Informations et données de fidélité sur l'emploi de la méthode coulométrique	8
Bibliographie	10

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 (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

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. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'OMC concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: www.iso.org/iso/avant-propos.html.

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

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 8534:2008), dont elle constitue une révision mineure afin d'exclure l'applicabilité pour les corps gras issus du lait et des produits laitiers.

Introduction

La détermination de la teneur en eau des corps gras selon la méthode de Karl Fischer s'effectue selon deux modes opératoires différents. Le présent document 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 8534:2017](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/24e959b6-8136-4c02-8ae4-30ef9dd6d017/iso-8534-2017>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 8534:2017

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/24e959b6-8136-4c02-8ae4-30ef9dd6d017/iso-8534-2017>

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

1 Domaine d'application

Le présent document 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.

Le lait et les produits laitiers (ou les corps gras issus du lait et des produits laitiers) sont exclus du domaine d'application du présent document.

2 Références normatives

Les documents suivants cités dans le texte constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences 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.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>
- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <http://www.iso.org/obp>

3.1

teneur en eau

masse d'eau, en grammes par 100 g d'échantillon, déterminée conformément à la méthode spécifiée dans le présent document

Note 1 à l'article: 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 la [Formule \(1\)](#):



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 %).

[ISO 8534:2017](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/24e959b6-8136-4c02-8ae4-30e9dd6d017/iso-8534-2017)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/24e959b6-8136-4c02-8ae4-30e9dd6d017/iso-8534-2017>

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, éviers et lave-vaisselle dans le laboratoire.

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

6.3 Seringues, d'une capacité de 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 le présent document. 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 du présent document) 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

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

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

9.1.3 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.

9.1.4 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.
(standards.iteh.ai)

9.1.5 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.

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/24e959b6-8136-4c02-8ae4-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/24e959b6-8136-4c02-8ae4-40e9d16d0174/iso-8534-2017)

9.1.5.1 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.

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

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

9.1.5.4 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.

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

9.1.6 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.

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