

---

# Norme internationale



# 5542

---

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

---

## Lait — Détermination de la teneur en protéines — Méthode au noir amido (Méthode pratique)

*Milk — Determination of protein content — Amido black dye-binding method (Routine method)*

Première édition — 1984-06-01

**ITh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO 5542:1984](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8517e2e5-6571-43b9-b51b-8a93b985f832/iso-5542-1984)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8517e2e5-6571-43b9-b51b-8a93b985f832/iso-5542-1984>

---

CDU 637.12 : 543.865

Réf. n° : ISO 5542-1984 (F)

Descripteurs : produit agricole, produit laitier, lait, analyse chimique, dosage, protéine.

## 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 5542 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits agricoles alimentaires*, et a été soumise aux comités membres en avril 1983.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée : [ISO 5542:1984](#)

Afrique du Sud, Rép. d'	France	Roumanie
Allemagne, R. F.	Hongrie	Royaume-Uni
Australie	Iran	Sri Lanka
Autriche	Iraq	Tanzanie
Belgique	Malaisie	Tchécoslovaquie
Canada	Nouvelle-Zélande	Thaïlande
Corée, Rép. dém. p. de	Pays-Bas	Turquie
Cuba	Philippines	URSS
Égypte, Rép. arabe d'	Pologne	Yougoslavie
Espagne	Portugal	

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

NOTE — La méthode spécifiée dans la présente Norme internationale a été élaborée conjointement avec la FIL (Fédération internationale de laiterie) et l'AOAC (Association des chimistes analytiques officiels), et sera également publiée par ces organisations.

# Lait — Détermination de la teneur en protéines — Méthode au noir amido (Méthode pratique)

## 1 Objet et domaine d'application

1.1 La présente Norme internationale spécifie une méthode pratique utilisant le noir amido pour la détermination de la teneur en protéines du lait.

La composition du colorant au noir amido pouvant varier, la méthode décrite est empirique et dépend d'une référence constante à la teneur en protéines déduite de la détermination de la teneur en azote du lait par la méthode de référence selon Kjeldahl (par exemple, telle que décrite dans la Norme FIL 20).

1.2 La méthode est applicable au lait cru ou ayant subi un traitement thermique ou mécanique (par exemple pasteurisé, stérilisé, homogénéisé, reconstitué) entier, partiellement écrémé ou écrémé, pour autant que les échantillons soient en bon état. Sous certaines conditions, les échantillons additionnés de conservateur peuvent également être analysés par cette méthode (voir 10.1).

La méthode permet une détermination rapide et simple de la teneur en protéines du lait et elle est valable pour une seule détermination ou pour des déterminations sur un petit nombre d'échantillons, ainsi que pour des déterminations en série. Pour les déterminations en série, un appareillage spécial (à savoir un appareillage pour pipettes en série, centrifugeurs) (voir 6.4 et 6.7), ainsi que de fréquentes vérifications des échantillons de contrôle en vue de corriger la «direction» (voir 8.6.2) sont nécessaires. En raison du temps nécessaire pour les méthodes d'étalonnage, les laboratoires qui effectuent seulement un petit nombre de déterminations sur certains types d'échantillons ont souvent recours à des laboratoires centraux pour les solutions de colorants et les échantillons de contrôle.

NOTE — Selon l'origine de l'échantillon et la méthode de référence utilisée, la méthode décrite dans la présente Norme internationale peut être utilisée non seulement pour la détermination habituelle de la teneur en protéines du lait (c'est-à-dire matière azotée totale  $\times 6,38$ ), mais également pour la détermination de la teneur en «protéines vraies» et même, dans une version modifiée, pour la détermination de la teneur en caséine ou en protéines du sérum, tant du lait de vache que du lait d'autres espèces animales (chèvre, brebis, etc.).

## 2 Références

ISO 707, *Lait et produits laitiers — Méthodes d'échantillonnage*.

Norme FIL 20, *Détermination de la teneur du lait en matière azotée par la méthode de Kjeldahl*.

## 3 Définition

**teneur en protéines** : Valeur conventionnelle obtenue en multipliant par un facteur approprié la teneur en azote total, exprimé en pourcentage en masse, et déterminée en utilisant la méthode de référence selon Kjeldahl (par exemple, telle que décrite dans la Norme FIL 20).

NOTE — Il convient d'établir une distinction entre la «teneur en protéines» du lait, définie ci-dessus, et la «teneur en protéines vraies» qui ne tient pas compte de la matière azotée non protéique du lait (ANP).

## 4 Principe

Addition d'une solution de noir amido, tamponnée à un pH de 2,4, à une prise d'essai, ce qui conduit à la formation d'un complexe insoluble colorant-protéines. Élimination du complexe insoluble par centrifugation (ou filtration) et détermination de la teneur en protéines à partir de l'absorbance de la solution résultante contenant un excès de colorant.

## 5 Réactifs

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique reconnue, sauf s'il est précisé autrement. L'eau utilisée doit être de l'eau distillée ou de l'eau de pureté au moins équivalente.

NOTE — Les ions calcium interfèrent dans la détermination.

5.1 **colorant noir amido 10B** (noir acide 1, CI 20470)<sup>1)</sup> pour l'analyse du lait ayant une teneur en eau inférieure à 5 % (*m/m*), ou un produit purifié ultérieurement.

NOTE — Ce colorant est hygroscopique et doit être protégé contre une reprise éventuelle d'humidité.

1) Le produit approprié est disponible dans le commerce. Des détails peuvent être obtenus auprès du Secrétariat de l'ISO/TC 34 (MSZH, Hongrie) ou du Secrétariat central de l'ISO.

**5.2 Noir amido**, solution étalon.

Préparer une solution étalon selon un des modes opératoires suivants.

**5.2.1 Étalon primaire**, en vue de la préparation des solutions étalons de référence.

Introduire dans une fiole jaugée de 1 000 ml contenant environ 600 ml d'eau :

- 0,900 g d'une préparation purifiée de colorant noir amido 10B ayant une teneur élevée en colorant;
- 2,08 g d'hydrogéné-orthophosphate disodique dihydraté ( $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ );
- 15,8 g d'acide citrique monohydraté ( $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ).

Dissoudre par agitation mécanique pendant 2 h. Au moyen d'un pH-mètre (6.8), contrôler le pH qui doit se situer dans les limites de  $2,40 \pm 0,10$  à 20 °C; l'ajuster, si nécessaire, par l'adjonction de solution d'acide sulfurique ou de solution d'hydroxyde de sodium. Compléter au trait repère et agiter encore pendant 15 min.

Laisser reposer la solution une nuit avant de l'utiliser. Si la solution doit servir pendant plusieurs jours, en assurer la conservation en ajoutant 0,1 ml d'une solution de thymol à 5 % dans l'éthanol à 94-97 % (V/V).

À partir de cet étalon primaire, préparer les solutions témoins comme décrit en 5.3.2 et 5.3.3. Déterminer leur absorbance par rapport à l'eau distillée à une longueur d'onde normalisée dans une cellule normalisée.

**5.2.2 Solution étalon**, pour des déterminations de routine peu nombreuses

Dissoudre complètement dans un bécher :

- 0,90 à 0,95 g (selon la teneur en colorant) de colorant noir amido 10B (5.1),
- 2,08 g d'hydrogéné-orthophosphate disodique dihydraté ( $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ),
- 15,8 g d'acide citrique monohydraté ( $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ),

dans 100 à 200 ml d'eau à 70 à 80 °C, ou des quantités double ou triple de ces produits chimiques et d'eau.

Refroidir et transvaser dans des fioles jaugées de 1 000, 2 000 ou 3 000 ml, compléter à environ 600, 1 200 ou 1 800 ml, respectivement, et homogénéiser. Ajuster le pH à  $2,40 \pm 0,10$  à 20 °C comme décrit en 5.2.1. Compléter au trait repère et agiter pendant 15 min. Laisser reposer une nuit.

À partir de cette solution primaire, préparer les solutions témoins spécifiées en 5.3.2 et 5.3.3, et déterminer leur absorbance par rapport à l'eau distillée, comme décrit en 5.2.1.

Diluer cette solution primaire avec la quantité calculée de solution tampon de citrate (5.2.4) afin d'obtenir la solution étalon donnant des solutions témoins ayant la même absorbance que celles obtenues à partir de l'étalon primaire (5.2.1).

Conserver comme décrit en 5.2.1 et laisser reposer une nuit.

NOTE — La concentration du noir amido pouvant varier d'une livraison à l'autre, il est nécessaire d'adapter la concentration pour chaque livraison nouvelle à celle de l'étalon primaire tel que préparé en 5.2.1, afin que les absorbances des solutions témoins préparées en 5.3.2 et 5.3.3 soient les mêmes que celles obtenues au cours de l'étalonnage (voir 8.5).

**5.2.3 Solution étalon**, pour des déterminations de routine en série.

Dissoudre complètement, au moyen d'une agitation mécanique pendant 2 h, dans un récipient muni d'un trait repère d'un multiple déterminé de 1 000 ml, les quantités multiples correspondantes des produits chimiques spécifiés en 5.2.2, dans une quantité d'eau légèrement inférieure à la hauteur du trait repère approprié. Ajuster le pH à  $2,40 \pm 0,10$ , comme décrit en 5.2.1. Compléter au trait repère et agiter encore pendant 15 min. Laisser reposer une nuit.

À partir de la solution primaire, préparer les solutions témoins spécifiées en 5.3.2 et 5.3.3 et déterminer leur absorbance par rapport à l'eau distillée, comme décrit en 5.2.1. Diluer cette solution primaire avec la quantité calculée de solution tampon de citrate (5.2.4) afin d'obtenir la solution étalon donnant des solutions témoins ayant la même absorbance que celles obtenues à partir de l'étalon primaire (5.2.1).

Conserver comme décrit en 5.2.1 et laisser reposer une nuit.

Voir la note en 5.2.2.

Il convient de procéder à une ultime vérification et à un dernier ajustement de la concentration au moyen d'un échantillon de contrôle prélevé dans une quantité de lait (voir 8.6) dont la teneur en protéines a été déterminée par la méthode de référence selon Kjeldahl (Norme FIL 20).

**5.2.4 Solution tampon**, pour dilution.

Introduire dans une fiole jaugée de 1 000 ml contenant environ 600 ml d'eau :

- 2,08 g d'hydrogéné-orthophosphate disodique dihydraté ( $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ );
- 15,8 g d'acide citrique monohydraté ( $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ).

Dissoudre par agitation et compléter au trait repère avec de l'eau.

Des quantités multiples de ces produits chimiques et d'eau peuvent être utilisées si nécessaire.

Il y a lieu d'effectuer toute dilution nécessaire au moyen de cette solution tampon.

### 5.3 Noir amido, solutions témoins.

Préparer comme suit les dilutions (solutions témoins) de la solution étalon de noir amido (5.2).

**5.3.1** Mélanger 10 volumes de la solution étalon de noir amido avec 90 volumes d'eau, en introduisant à la pipette 10 ml dans une fiole jaugée de 100 ml et en complétant au trait repère.

NOTE — Cette solution est utilisée au lieu d'eau, pour régler le spectromètre (6.6) au zéro de l'échelle; on peut de la sorte utiliser la partie de l'échelle logarithmique où les divisions sont plus larges.

**5.3.2** Mélanger 50 volumes de la solution étalon de noir amido avec 50 volumes d'eau, en introduisant à la pipette, 50 ml dans une fiole jaugée de 100 ml et en complétant au trait repère.

**5.3.3** Mélanger 20 volumes de la solution étalon de noir amido avec 80 volumes d'eau, en introduisant 20 ml dans une fiole jaugée de 100 ml et en complétant au trait repère.

NOTE — Les solutions 5.3.2 et 5.3.3 correspondent à des teneurs en protéines basses et élevées, et permettront d'obtenir les valeurs correspondantes. On les utilise pour le contrôle de l'étalonnage (voir 8.6.2).

### 5.4 Solutions tampons étalons, pour pH-mètre (6.8).

## 6 Appareillage

Tous les appareils destinés à être en contact avec les réactifs ou la solution d'essai doivent être constitués de matériaux non attaquables dans les conditions de l'essai, et n'absorbant pas le colorant en quantité telle que les résultats en soient affectés.

Matériel courant de laboratoire non spécifié par ailleurs, et notamment

**6.1 Tubes à essais ou à centrifugation**, munis de bouchons en caoutchouc, si nécessaire.

**6.2 Support**, pour les tubes à essais ou à centrifugation (6.1).

**6.3 Pipette ou seringue**, permettant de mesurer un volume de  $1,0 \pm 0,003$  ml de lait (voir la note en 6.4).

**6.4 Pipette ou seringue**, permettant de mesurer un volume de  $20 \pm 0,02$  ml de la solution étalon de noir amido (5.2).

#### NOTES

1 On peut utiliser des pipettes et des seringues (6.3 et 6.4) de capacité différente, du moment que le rapport du volume de la prise d'essai (voir 8.2) au volume de la solution de noir amido (voir 8.3.1) est de 1 : 20, et que la concentration de noir amido dans le liquide surnageant (voir 8.3.3) reste supérieure à 0,1 g/l.

2 Tout appareil permettant un pipetage en série utilisé à cette fin doit satisfaire aux mêmes conditions que celles prescrites dans la présente Norme internationale pour la méthode à pipette ou à seringue unique.

**6.5 Agitateur mécanique ou mélangeur rotatif ou appareil de mélange à air comprimé**, si nécessaire.

**6.6 Spectromètre**, permettant d'opérer dans des longueurs d'onde de 550 à 620 nm, muni de cuves (de préférence à flux continu) de 0,2 à 1,0 mm de parcours optique.

NOTE — Il n'est pas nécessaire d'opérer à la longueur d'onde correspondant exactement à la sensibilité maximale étant donné qu'il s'avère en pratique que les déviations peuvent être compensées par étalonnage (voir 8.4).

**6.7 Centrifugeuse ou appareil de filtration.**

**6.7.1 Centrifugeuse**, à porte-tubes oscillants, capable d'atteindre, dans les 2 min, une accélération de  $(350 \pm 50) g$  à l'extrémité inférieure du tube à essais (voir 10.1).

Une telle accélération est produite par des centrifugeuses dont le rayon utile (distance horizontale entre le centre de l'axe de la centrifugeuse et l'extrémité inférieure du tube à essais) et la fréquence de rotation sont indiqués dans le tableau.

Tableau

Rayon utile mm	Fréquence de rotation min <sup>-1</sup>
240	1 140
245	1 130
250	1 120
255	1 110
260	1 100
265	1 090
270	1 080
275	1 070
300	1 020
325	980

NOTE — L'accélération centrifuge relative produite dans une centrifugeuse peut être calculée au moyen de la formule

$$1,12 r n^2 \times 10^{-6}$$

où

$r$  est le rayon horizontal utile, en millimètres;

$n$  est la fréquence de rotation, par minute.

**6.7.2 Appareillage de filtration.**

La filtration à travers un filtre en fibre de verre, de préférence siliconé, en s'aidant d'une légère pression, peut être utilisée au lieu de la centrifugation. Il est nécessaire de vérifier que la quantité de colorant absorbée par le filtre est minime et constante pour toute surface donnée. Pour une pression déterminée, la porosité du filtre doit permettre une filtration correcte du précipité formé par le complexe colorant-protéine (voir aussi 10.1).

**6.8 pH-mètre**, à électrode de verre et électrode de référence convenable, permettant le mesurage du pH à 0,01 unité près.

**6.9 Fioles jaugées à un trait**, de 100, 1 000, 2 000 et 3 000 ml de capacités.

**6.10 Balance**, précise à 0,001 g près.

## 7 Échantillonnage

Voir ISO 707.

## 8 Mode opératoire

### 8.1 Préparation de l'échantillon pour essai

Amener l'échantillon à une température de 20 à 30 °C, si nécessaire, en plaçant dans un bain d'eau l'échantillon contenu dans le flacon d'échantillonnage.

Mélanger le lait soigneusement, en inversant le flacon d'échantillonnage à trois ou quatre reprises en évitant que la matière grasse ne vienne à mousser ou ne soit soumise à un barattage. S'il s'avère difficile de disperser une couche de crème, ou si le lait semble légèrement baratté, réchauffer lentement dans un bain d'eau jusqu'à une température de 35 à 40 °C, et mélanger doucement; si nécessaire, utiliser un homogénéisateur approprié pour mieux disperser la matière grasse.

Quand une distribution uniforme de la matière grasse a pu être obtenue, amener rapidement la température à 20 °C. Laisser reposer le lait au moins 1 min, après l'avoir amené à la température définitive afin de permettre aux bulles d'air de s'échapper (mais pendant une durée de temps ne permettant pas la formation de crème).

### 8.2 Prise d'essai

À l'aide d'une pipette ou d'une seringue (6.3), introduire 1 ml de l'échantillon pour essai (8.1) dans un tube à essais ou à centrifugation (6.1). Agiter légèrement, aussitôt avant pipetage.

### 8.3 Détermination

**8.3.1** À l'aide d'une pipette ou d'une seringue (6.4), ajouter 20 ml de la solution étalon de noir amido (5.2) à la prise d'essai se trouvant dans le tube à essais ou à centrifugation. Boucher le tube si nécessaire, et en mélanger le contenu pendant 30 s, à la main ou à l'aide d'un dispositif mécanique (6.5), en agitant avec une amplitude d'environ 25 cm. On peut également utiliser de l'air comprimé pour obtenir un effet semblable.

**8.3.2** Retirer le bouchon s'il y en a un, et séparer le précipité protéine-colorant par filtration ou centrifugation. Dans ce dernier cas, placer le tube dans la centrifugeuse (6.7.1) et centrifuger le tube pendant 2 min au moins, après qu'une accélération de  $(350 \pm 50) g$  ait été atteinte à l'extrémité du tube.

**8.3.3** Introduire le liquide surnageant dans une cuve du spectromètre, et mesurer l'absorbance, après avoir réglé le spectromètre (6.6) au zéro de l'échelle en utilisant la solution témoin au noir amido (5.3.1) à la longueur d'onde choisie (voir 6.6).

### 8.4 Préparation de la courbe d'étalonnage

Prendre au moins 40 échantillons de laits différents (provenant si possible de vaches différentes) présentant une teneur totale en protéines de 2,5 à 4,5 % (*m/m*) ou davantage (voir la note). Déterminer la teneur en protéines de chacun d'eux en appliquant la méthode de référence (Norme FIL 20). Si nécessaire, corriger les résultats pour les conservateurs (voir 10.1).

Parallèlement, en utilisant la méthode décrite ci-dessus, mesurer l'absorbance du liquide surnageant obtenue pour chacun des échantillons.

Tracer un graphique représentant l'absorbance en fonction des teneurs en protéines obtenues par la méthode de référence. Si l'on s'écarte de la relation linéaire pour les hautes teneurs en protéines (faible absorbance) à la fin de la courbe, éliminer les résultats correspondants pour le calcul de l'équation de régression. (La méthode de détermination de ces hautes teneurs en protéines est décrite en 10.2.) Éliminer également les valeurs fortement déviées, c'est-à-dire lorsque la teneur en protéines déterminée par la méthode de référence diffère de plus du double de l'écart-type (déduit du calcul de l'équation de régression ci-dessous) à partir de la valeur correspondante de la ligne droite du graphique.

Déduire l'équation de régression pour les absorbances (*x*) en fonction des teneurs en protéines (*y*) (obtenues par la méthode de référence), et tracer la courbe d'étalonnage pour *y* en fonction de *x*.

NOTE — Les laits reconstitués ou ayant subi un traitement thermique (pasteurisés ou stérilisés) peuvent nécessiter des courbes d'étalonnage différentes.

### 8.5 Solutions témoins

En même temps que la préparation de la courbe d'étalonnage mesurer les absorbances des deux solutions témoins préparées comme indiqué en 5.3.2 et 5.3.3 (voir la note en 5.2.2).

### 8.6 Contrôle de l'étalonnage

#### 8.6.1 Échantillons de lait de contrôle

L'étalonnage pouvant être affecté par les changements saisonniers de la composition des différentes matières azotées du lait, il y a lieu d'en vérifier régulièrement la validité. Ceci doit se faire au moyen d'au moins un échantillon représentatif d'une quantité importante de lait (c'est-à-dire provenant d'un grand nombre de vaches) d'une teneur en protéines moyenne, ou même, de préférence, au moyen de deux de ces échantillons, dont l'un à une faible teneur en protéines et l'autre une teneur en protéines élevée. La teneur en protéines de ces échantillons doit être déterminée par la méthode de référence selon Kjeldahl (Norme FIL 20).

#### 8.6.2 Utilisation des échantillons de lait de contrôle

Prélever des échantillons de contrôle en nombre suffisant, en sous-échantillonnant des échantillons provenant de lait en vrac, comme indiqué en 8.6.1. Ajouter un conservateur (voir 10.1) à ces sous-échantillons, de façon à pouvoir les utiliser pendant un certain nombre de jours, en faisant en sorte que la valeur de référence de la teneur en protéines ne soit pas modifiée par une quelconque détérioration.

Le ou les échantillons de contrôle doivent être essayés, à deux reprises, avant que l'on ne procède au contrôle journalier des échantillons de routine. Ils doivent normalement être compris dans chaque série de ces échantillons à raison de 1 pour 10, ou être interposés à intervalles réguliers au cours d'essais continus en vue du contrôle de la «direction». De même, il est nécessaire de vérifier les lectures de l'échelle du spectromètre au moyen des solutions témoins du colorant pour lesquelles ces lectures ont été déterminées lors de l'étalonnage (voir 8.5 et 8.6.1).

## 9 Expression des résultats

### 9.1 Mode de calcul

Au moyen de la courbe d'étalonnage (voir 8.4), calculer la teneur en protéines de l'échantillon à partir des absorbances mesurées et exprimer le résultat en grammes de protéines pour 100 g d'échantillon. Corriger toute différence entre la «teneur en protéines Kjeldahl» et la teneur en protéines lue à partir de la courbe d'étalonnage des échantillons de lait de contrôle (8.6.1 et 8.6.2).

### 9.2 Répétabilité

La différence entre les résultats de deux déterminations effectuées rapidement l'une après l'autre par la même personne ne doit pas excéder 0,03 g de protéines par 100 g d'échantillon.

## 10 Cas particuliers

### 10.1 Échantillons additionnés de conservateurs

La méthode peut être appliquée sans modification aux échantillons additionnés de chlorure de mercure(II) à raison de 0,07 à 0,1 % (*m/m*) lorsque les règlements antipollution autorisent ce produit, ou d'azide de sodium à raison de 0,02 à 0,3 % (*m/m*). Pour les échantillons additionnés de 0,1 % (*m/m*) de dichromate de potassium, la méthode ne peut être utilisée que si le temps qui sépare l'addition de la solution de noir amido au lait et la lecture au spectromètre est très court, comme pour la méthode de filtration (voir 6.7); la procédure de centrifugation ne convient pas. La méthode n'est pas applicable aux échantillons additionnés de formol.

Dans le cas d'un conservateur en tablettes, la présence d'environ 5 % (*m/m*) de chlorure de sodium est habituelle. Ceci agira sur l'absorbance et également sur les résultats de la détermination Kjeldahl, et une correction des résultats sera nécessaire. Il

est préférable de déduire la teneur en protéines à partir d'une courbe spéciale d'étalonnage obtenue avec de tels échantillons contenant des conservateurs et basée sur les résultats de Kjeldahl qui ont été corrigés pour la conservation (effet de dilution des tablettes, azote à partir de l'azide et de l'agent de préparation des tablettes).

### 10.2 Écart de la linéarité de la courbe d'étalonnage

Pour les laits dont la teneur en protéines n'est pas conforme à la linéarité de la courbe d'étalonnage, procéder comme suit.

Diluer une certaine quantité de l'échantillon de lait ayant une forte teneur en protéines avec le même volume d'un lait (étalon, de contrôle) de teneur connue en protéines, bien mélanger et déterminer la teneur en protéines du mélange selon 8.3 et 9.1.

Calculer la teneur en protéines de l'échantillon à forte teneur en protéines ( $w_1$ ) à partir de la teneur en protéines du mélange ( $w_2$ ) et de celle du lait étalon ( $w_3$ ) au moyen de la formule

$$w_1 = 2w_2 - w_3$$

## 11 Procès-verbal d'essai

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

- le facteur utilisé pour calculer la teneur en protéines à partir de la teneur en azote déterminée au moyen de la méthode de référence (Norme FIL 20);
- toute remarque susceptible d'indiquer si le résultat est d'une précision douteuse;
- tous détails nécessaires en vue de l'identification complète de l'échantillon.

Page blanche

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO 5542:1984](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8517e2e5-6571-43b9-b51b-8a93b985f832/iso-5542-1984>