
NORME INTERNATIONALE 5544

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

Caséines — Détermination des « cendres fixes » (Méthode de référence)

Caseins — Determination of "fixed ash" (Reference method)

Première édition — 1978-06-15

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 5544:1978](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8cf804f9-3fa1-4db5-927f-995aba0f0341/iso-5544-1978)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8cf804f9-3fa1-4db5-927f-995aba0f0341/iso-5544-1978>

CDU 637.147.2 : 543.822

Réf. n° : ISO 5544-1978 (F)

Descripteurs : caséine, analyse chimique, dosage, cendre, méthode gravimétrique.

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 5544 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits agricoles alimentaires*, et a été soumise aux comités membres en septembre 1976.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

Afrique du Sud, Rép. d'	Egypte, Rép. arabe d'	Nouvelle-Zélande
Allemagne	Espagne	Pays-Bas
Australie	France	Pologne
Autriche	Ghana	Portugal
Bulgarie	Hongrie	Roumanie
Canada	Inde	Tchécoslovaquie
Chili	Iran	Turquie
Corée, Rép. de	Israël	Yougoslavie

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

Royaume-Uni

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, U.S.A.). Le texte, approuvé par les organisations susmentionnées, sera également publié par la FAO/OMS (Code de principes concernant le lait et les produits laitiers et les normes connexes), par la FIL et par l'AOAC (Official Methods of Analysis).

Caséines — Détermination des « cendres fixes » (Méthode de référence)

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme internationale spécifie une méthode de référence pour la détermination des « cendres fixes » des caséines obtenues par précipitation acide ou par fermentation lactique, des caséinates d'ammonium, de leurs mélanges avec la caséine présure et avec des caséinates, et des caséines de type inconnu.

NOTE — Pour la détermination des cendres des caséines présure et des caséinates (à l'exception des caséinates d'ammonium), voir ISO 5545.

2 RÉFÉRENCES

ISO/R 707, *Lait et produits laitiers — Méthode d'échantillonnage.*

ISO 3310/1, *Tamis de contrôle — Exigences techniques et vérifications — Partie 1 : Toiles métalliques.*

ISO 5550, *Caséines et caséinates — Détermination de la teneur en eau (Méthode de référence).*¹⁾

3 DÉFINITION

« cendres fixes » des caséines : Substances déterminées selon la méthode décrite dans la présente Norme internationale et exprimées en pourcentage en masse.

NOTE — La désignation « cendres fixes » est utilisée pour indiquer que le phosphore d'origine organique est retenu dans les cendres.

4 PRINCIPE

Incinération d'une prise d'essai à 825 ± 25 °C, en présence d'acétate de magnésium destiné à fixer la totalité du phosphore d'origine organique. Pesée du résidu obtenu et soustraction de la masse des cendres provenant de l'acétate de magnésium.

5 RÉACTIF

Le réactif doit être de qualité analytique reconnue. L'eau utilisée doit être de l'eau distillée ou de l'eau de pureté au moins équivalente.

5.1 Acétate de magnésium tétrahydraté
[Mg(CH₃CO₂)₂·4H₂O], solution à 120 g/l.

6 APPAREILLAGE

6.1 Balance analytique.

6.2 Pipette à un trait, de 5 ml de capacité.

6.3 Capsules en silice ou en platine, d'environ 70 mm de diamètre et de 25 à 50 mm de profondeur.

6.4 Étuve, réglable à 102 ± 2 °C.

6.5 Four électrique, à circulation d'air, réglable à 825 ± 25 °C.

6.6 Bain d'eau bouillante.

6.7 Dessiccateur, garni d'un agent déshydratant efficace.

6.8 Dispositif de broyage, permettant, si nécessaire (voir 8.1.4) de broyer l'échantillon pour laboratoire sans provoquer d'échauffement excessif ni de perte ou absorption d'humidité. Ne pas utiliser un broyeur à marteaux.

6.9 Tamis de contrôle, à toile métallique, de 200 mm de diamètre, de 500 µm de dimension nominale d'ouverture, muni d'un réceptacle, conforme à l'ISO 3310/1.

7 ÉCHANTILLONNAGE

Voir ISO/R 707.

8 MODE OPÉRATOIRE

8.1 Préparation de l'échantillon pour essai

8.1.1 Bien mélanger l'échantillon pour laboratoire au moyen d'agitations et de retournements répétés du récipient (si nécessaire après avoir transvasé la totalité de l'échantillon pour laboratoire dans un récipient étanche à l'air, de capacité convenable, en vue de permettre la réalisation de cette opération).

1) Actuellement au stade de projet.

8.1.2 Transvaser environ 50 g de l'échantillon pour laboratoire bien mélangé sur le tamis de contrôle (6.9).

8.1.3 Si cette fraction de 50 g passe complètement ou presque à travers le tamis, utiliser pour la détermination l'échantillon tel qu'il a été préparé en 8.1.1.

8.1.4 Dans le cas contraire, broyer cette fraction de 50 g au moyen du dispositif de broyage (6.8) jusqu'à ce qu'il passe complètement à travers le tamis. Transvaser immédiatement l'échantillon tamisé dans un récipient étanche à l'air, de capacité suffisante, et bien mélanger au moyen d'agitations et de retournements répétés. Au cours de ces opérations, prendre toutes précautions utiles en vue d'éviter une modification de la teneur en eau du produit.

8.1.5 Procéder à la détermination (8.4) dès que possible après la préparation de l'échantillon pour essai.

8.2 Préparation des capsules

Chauffer deux capsules (6.3) dans le four électrique (6.5) réglé à 825 ± 25 °C, durant 30 min. Les laisser refroidir dans le dessiccateur (6.7) à la température de la salle des balances et les peser à 0,1 mg près.

8.3 Prise d'essai

Peser, à 0,1 mg près, directement ou par différence, dans l'une des capsules ainsi préparées (A), environ 3 g de l'échantillon pour essai (8.1).

8.4 Détermination

Dans la capsule (A), introduire, à l'aide de la pipette (6.2), 5 ml de la solution d'acétate de magnésium (5.1) de manière à humecter complètement la prise d'essai et laisser reposer 20 min.

Dans l'autre capsule préparée (B), introduire, à l'aide de la pipette (6.2), 5 ml de la solution d'acétate de magnésium (5.1).

Évaporer le contenu des deux capsules (A et B) sur le bain d'eau bouillante (6.6) jusqu'à siccité.

Placer les deux capsules dans l'étuve (6.4) réglée à 102 ± 2 °C, et les y laisser séjourner 30 min.

Chauffer la capsule A avec son contenu sur une petite flamme jusqu'à carbonisation complète de la prise d'essai, en prenant soin de ne pas la laisser s'enflammer.

Placer les deux capsules (A et B) dans le four électrique (6.5) réglé à 825 ± 25 °C, et chauffer durant au moins 1 h jusqu'à disparition complète du charbon dans la capsule A. Laisser les deux capsules refroidir dans le dessiccateur (6.7) à la température de la salle des balances et les peser à 0,1 mg près.

Répéter les opérations de chauffage au four électrique (6.5), de refroidissement et de pesée jusqu'à ce que la masse reste constante à 1 mg près ou commence à augmenter. Noter la masse minimale.

9 EXPRESSION DES RÉSULTATS

9.1 Mode de calcul et formule

9.1.1 Les «cendres fixes» de l'échantillon, phosphore compris, exprimées en pourcentage en masse, sont égales à

$$\frac{(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)}{m_0} \times 100$$

où

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai;

m_1 est la masse, en grammes, de la capsule A et du résidu;

m_2 est la masse, en grammes, de la capsule préparée A;

m_3 est la masse, en grammes, de la capsule B et du résidu;

m_4 est la masse, en grammes, de la capsule préparée B.

Calculer les «cendres fixes» à 0,01 % près et exprimer le résultat final à 0,1 % près.

9.1.2 Pour calculer les «cendres fixes» de l'échantillon en pourcentage en masse par rapport à la matière sèche, multiplier le résultat obtenu selon 9.1.1 par

$$\frac{100}{100 - M}$$

où M est la teneur en eau de l'échantillon, déterminée selon

ISO 5550:1980 (8049-3fa1-4db5-927f-995aba0f0341/iso-5544-1978)

9.2 Fidélité

9.2.1 Répétabilité

La différence entre deux résultats individuels, obtenus sur un produit identique soumis à essai, par le même analyste utilisant le même appareillage, dans un court intervalle de temps, ne doit pas dépasser 0,1 g de «cendres fixes» pour 100 g de produit tel quel en moyenne plus d'une fois sur 20 dans l'application normale et correcte de la méthode.

9.2.2 Reproductibilité

La différence entre deux résultats individuels et indépendants, obtenus par deux opérateurs travaillant dans des laboratoires différents sur un produit identique soumis à essai, ne doit pas dépasser 0,2 g de «cendres fixes» pour 100 g de produit tel quel en moyenne plus d'une fois sur 20 dans l'application normale et correcte de la méthode.

10 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

La procès-verbal d'essai doit indiquer la méthode utilisée et les résultats obtenus. 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 les résultats.

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