
**Lait — Détermination de la teneur en
calcium — Méthode titrimétrique**

Milk — Determination of calcium content — Titrimetric method

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 12081:1998](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/689baa43-9b18-4316-bcb5-4cc595303da8/iso-12081-1998)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/689baa43-9b18-4316-bcb5-4cc595303da8/iso-12081-1998>



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 3.

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.

La Norme internationale ISO 12081 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits agricoles alimentaires*, sous-comité SC 5, *Lait et produits laitiers*, en collaboration avec la Fédération internationale de laiterie (FIL) et l'Association des chimistes analytiques officiels (AOAC International); elle sera également publiée par ces deux organisations.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 12081:1998](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/689baa43-9b18-4316-bcb5-4cc595303da8/iso-12081-1998)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/689baa43-9b18-4316-bcb5-4cc595303da8/iso-12081-1998>

© ISO 1998

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 de l'éditeur.

Organisation internationale de normalisation
Case postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse
Internet iso@iso.ch

Imprimé en Suisse

Lait — Détermination de la teneur en calcium — Méthode titrimétrique

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode pour la détermination de la teneur en calcium du lait, du lait reconstitué à partir de lait concentré et du lait concentré sucré ou sec.

2 Terme et définition

Pour les besoins de la présente Norme internationale, le terme et la définition suivants s'appliquent.

2.1

teneur en calcium

fraction massique des substances déterminées par le mode opératoire spécifié dans la présente Norme internationale

NOTE La teneur en calcium est exprimée en pourcentage en masse.

3 Principe

ISO 12081:1998
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/689baa43-9b18-4316-bcb5-4cc595303da8/iso-12081-1998>

Précipitation des matières protéiques de la prise d'essai par l'acide trichloracétique, puis filtration. Précipitation du calcium dans le filtrat sous forme d'oxalate de calcium et séparation par centrifugation. Titrage du précipité lavé et dissous avec du permanganate de potassium.

4 Réactifs

Sauf indication différente, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau distillée ou de l'eau déminéralisée ou de pureté équivalente.

4.1 Solution I d'acide trichloracétique, 200 g/l.

4.2 Solution II d'acide trichloracétique, 120 g/l.

4.3 Oxalate d'ammonium, solution saturée à froid.

4.4 Solution de rouge de méthyle.

Dissoudre 0,05 g de rouge de méthyle dans 100 ml d'éthanol (fraction volumique de 96 %).

4.5 Acide acétique, solution à fraction volumique de 20 %.

4.6 Solution I d'ammoniaque.

Mélanger à volumes égaux de l'ammoniaque (fraction volumique de 25 %) et de l'eau.

4.7 Solution II d'ammoniaque.

Diluer 2 ml d'ammoniaque (fraction volumique de 25 %) à 100 ml, avec de l'eau.

4.8 Acide sulfurique.

Ajouter 20 ml d'acide sulfurique (fraction volumique de 98 %) à 80 ml d'eau.

4.9 Solution titrée de permanganate de potassium, $c(\text{KMnO}_4) = 0,004 \text{ mol/l} \pm 0,0001 \text{ mol/l}$.

Vérifier le titrage par procédure courante de laboratoire en utilisant de l'acide oxalique ou de l'oxalate de sodium.

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire et, en particulier, ce qui suit:

5.1 **Balance analytique**, capable de peser à 0,01 g près, avec une précision de lecture de 0,001 g.

5.2 **Fiole jaugée**, de 50 ml de capacité nominale.

5.3 **Pipette**, de 20 ml de capacité nominale.

5.4 **Centrifugeuse**, pouvant développer une accélération centrifuge égale à $1400 \times g$.

5.5 **Tubes de centrifugation**, cylindriques et à fond rond, de capacité d'environ 30 ml, gradués à 20 ml.

5.6 **Pipettes**, de 2 ml et 5 ml de capacité. (standards.iteh.ai)

5.7 **Dispositif de siphonnage à succion**, muni d'un tube capillaire.

5.8 **Bain d'eau bouillante**. <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/689baa43-9b18-4316-bcb5-4cc595303da8/iso-12081-1998>

5.9 **Burette**, graduée en 0,02 ml.

5.10 **Papier-filtre**, exempt de cendre, pour filtration lente.

6 Échantillonnage

L'échantillonnage ne fait pas partie de la méthode spécifiée dans la présente Norme internationale. Une méthode d'échantillonnage recommandée est donnée dans l'ISO 707 [1].

Il est important que le laboratoire reçoive un échantillon réellement représentatif, non endommagé ou modifié lors du transport et de l'entreposage.

7 Préparation de l'échantillon pour essai

Porter l'échantillon de lait ou de lait reconstitué à $20 \text{ °C} \pm 2 \text{ °C}$ et mélanger soigneusement. Si l'on n'obtient pas une dispersion homogène de la matière grasse, chauffer l'échantillon lentement à 40 °C , mélanger doucement par inversions répétées, puis refroidir à $20 \text{ °C} \pm 2 \text{ °C}$.

8 Mode opératoire

8.1 Prise d'essai

En utilisant la pipette (5.3), transférer environ 20 g de l'échantillon préparé (article 7) dans la fiole jaugée (5.2). Peser l'échantillon à 0,01 g près.

8.2 Détermination

8.2.1 Précipitation des matières protéiques

Ajouter à la prise d'essai (8.1), peu à peu et en agitant, la solution I d'acide trichloracétique (4.1) jusqu'à ce qu'un volume de 50 ml soit atteint. Agiter vigoureusement pendant quelques secondes et laisser reposer 30 min. Filtrer sur un papier-filtre exempt de cendres (5.10) en prenant soin que le filtrat soit limpide.

8.2.2 Précipitation du calcium à l'état d'oxalate et séparation de l'oxalate

Introduire à la pipette dans un tube de centrifugation (5.5) 5 ml du filtrat clair (8.2.1), puis 5 ml de la solution II d'acide trichloracétique (4.2), 2 ml de la solution d'oxalate d'ammonium (4.3), deux gouttes de la solution de rouge méthyle (4.4) et 2 ml de la solution d'acide acétique (4.5). Mélanger par agitation circulaire.

Ajouter goutte par goutte la solution I d'ammoniaque (4.6) aux solutions mélangées dans le tube de centrifugation jusqu'à ce que la coloration devienne jaune pâle. Puis ajouter quelques gouttes de la solution d'acide acétique (4.5) jusqu'à apparition d'une coloration rose. Laisser reposer 4 heures à la température ambiante.

Diluer le contenu du tube de centrifugation à 20 ml avec de l'eau. Centrifuger le tube à $1400 \times g$ pendant 10 min. Décanter le liquide clair surnageant avec le dispositif à succion (5.7).

En prenant soin de ne pas remettre en suspension le culot d'oxalate de calcium, rincer les parois du tube de centrifugation avec 5 ml de la solution II d'ammoniaque (4.7). Centrifuger une nouvelle fois à $1400 \times g$ pendant 5 min. Décanter le liquide surnageant avec le dispositif à succion (5.7).

Répéter deux fois cette opération de lavage.

8.2.3 Titrage

Ajouter 2 ml d'acide sulfurique (4.8) et 5 ml d'eau au culot d'oxalate de calcium (8.2.2).

Placer le tube dans le bain d'eau bouillante (5.8) afin de dissoudre complètement le culot d'oxalate de calcium. Titrer l'oxalate de calcium dissous avec la solution de permanganate de potassium (4.9) jusqu'à coloration rose persistante. La température de la solution doit rester supérieure à 60 °C pendant le titrage.

Noter le volume, en millilitres, de solution de permanganate de potassium utilisé, à 0,01 ml près.

8.2.4 Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc, parallèlement à la détermination, en remplaçant la prise d'essai par 20 ml d'eau.

Noter le volume, en millilitres, de solution de permanganate de potassium utilisé, à 0,01 ml près.

9 Calcul et expression des résultats

9.1 Calcul

Calculer la teneur en calcium, à l'aide de la formule suivante:

$$w = 0,0004(V - V_0) \times \frac{1000 f}{m}$$

$$= 0,4(V - V_0) \times \frac{f}{m}$$

où

- w est la teneur en calcium exprimée en pourcentage en masse;
- V est la valeur numérique du volume, en millilitres, de solution de permanganate de potassium utilisé pour le titrage (8.2.3);
- V_0 est la valeur numérique du volume, en millilitres, de solution de permanganate de potassium utilisé dans l'essai à blanc (8.2.4);
- m est la masse, en grammes, de la prise d'essai;
- f est le facteur de correction pour le volume de précipité résultant de la précipitation par l'acide trichloracétique, comme suit.

Teneur en matière grasse de l'échantillon (%)	Facteur de correction
3,5 à 4,5	$f = 0,972$
3	$f = 0,976$
2	$f = 0,980$
1	$f = 0,985$
< 0,1	$f = 0,989$

9.2 Expression des résultats

Exprimer le résultat avec trois décimales.

iTech STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

10 Répétabilité

ISO 12081:1998

La différence absolue entre deux résultats d'essai individuels indépendants, obtenus à l'aide de la même méthode sur un matériau identique soumis à l'essai dans le même laboratoire par le même opérateur utilisant le même appareillage dans un court intervalle de temps, n'excédera 0,002 % que dans 5 % des cas au plus.

11 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit indiquer:

- tous les renseignements nécessaires à l'identification complète de l'échantillon;
- la méthode d'échantillonnage utilisée, si elle est connue;
- la méthode d'essai utilisée, avec la référence à la présente Norme internationale;
- tous les détails opératoires non prévus dans la présente Norme internationale, ou considérés comme facultatifs, ainsi que les détails sur tout incident susceptible d'avoir influé sur le(s) résultat(s) d'essai;
- le(s) résultat(s) d'essai obtenu(s); ou
- si la répétabilité a été vérifiée, le résultat final cité qui a été obtenu.

Bibliographie

[1] ISO 707, *Lait et produits laitiers — Lignes directrices pour l'échantillonnage*.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 12081:1998](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/689baa43-9b18-4316-bcb5-4cc595303da8/iso-12081-1998)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/689baa43-9b18-4316-bcb5-4cc595303da8/iso-12081-1998>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 12081:1998

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/689baa43-9b18-4316-bcb5-4cc595303da8/iso-12081-1998>

ICS 67.100.10

Descripteurs: produit agricole, produit alimentaire, produit laitier, lait, analyse chimique, dosage, calcium, méthode volumétrique.

Prix basé sur 5 pages
