

NORME
INTERNATIONALE

ISO
5764

FIL
108

Deuxième édition
2002-05-15

**Lait — Détermination du point de
congélation — Méthode au cryoscope à
thermistance (Méthode de référence)**

*Milk — Determination of freezing point — Thermistor cryoscope method
(Reference method)*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 5764:2002](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/16f547eb-4e99-4de0-8e74-5ce22164023b/iso-5764-2002)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/16f547eb-4e99-4de0-8e74-5ce22164023b/iso-5764-2002>



Numéros de référence
ISO 5764:2002(F)
FIL 108:2002(F)

© ISO et FIL 2002

PDF – Exonération de responsabilité

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO et la FIL déclinent toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO et les comités nationaux de la FIL. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central de l'ISO à l'adresse donnée ci-dessous.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 5764:2002](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/16f547eb-4e99-4de0-8e74-5ce22164023b/iso-5764-2002)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/16f547eb-4e99-4de0-8e74-5ce22164023b/iso-5764-2002>

© ISO et FIL 2002

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 soit de l'ISO soit de la FIL à l'adresse respective ci-après.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.ch
Web www.iso.ch

Fédération Internationale de Laiterie
Diamant Building • Boulevard Auguste Reyers 80 • B-1030 Bruxelles
Tel. + 32 2 733 98 88
Fax + 32 2 733 04 13
E-mail info@fil-idf.org
Web www.fil-idf.org

Imprimé en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
Introduction.....	vi
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Terme et définition	1
4 Principe	2
5 Réactifs	2
6 Appareillage	3
7 Échantillonnage	5
8 Étalonnage du cryoscope à thermistance	5
9 Préparation de l'échantillon pour essai	6
9.1 Préparation	6
9.2 Condition de l'échantillon	6
10 Mode opératoire	6
10.1 Vérifications préliminaires	6
10.2 Vérification de routine de l'étalonnage	6
10.3 Détermination	6
11 Calcul et expression des résultats	7
11.1 Calculs	7
11.2 Expression des résultats	7
12 Fidélité	7
12.1 Essais interlaboratoires	7
12.2 Répétabilité	8
12.3 Reproductibilité	8
13 Rapport d'essai	8
Annexe A (informative) Résultats de l'essai interlaboratoires	9
Annexe B (informative) Lignes directrices pour l'application de méthodes de routine au cryoscope à thermistance	11
Annexe C (informative) Ajustement du point de congélation utilisé comme référence pour le lait véritable	15
Bibliographie	16

ITeH STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

ISO 5764:2002

http://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/16f547eb-4e00-4da0-8e74-

5cc22164023b/iso-5764-2002

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.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments de la présente Norme internationale 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.

La Norme internationale ISO 5764|FIL 108 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits alimentaires*, sous-comité SC 5, *Lait et produits laitiers*, et la Fédération internationale de laiterie (FIL), en collaboration avec l'AOAC International. Elle est publiée conjointement par l'ISO et la FIL, et séparément par l'AOAC International.

Cette édition commune de l'ISO 5764|FIL 108 annule et remplace la première édition de l'ISO 5764:1987, qui a fait l'objet d'une révision technique.

Les annexes A à C de la présente Norme internationale sont données uniquement à titre d'information.

Avant-propos FIL

La FIL (Fédération internationale de laiterie) est une fédération mondiale du secteur laitier avec un Comité National dans chacun de ses pays membres. Chaque Comité National a le droit de faire partie des Comités permanents de la FIL auxquels sont confiés les travaux techniques. La FIL collabore avec l'ISO et avec l'AOAC International pour l'élaboration de méthodes normalisées d'analyse et d'échantillonnage pour le lait et les produits laitiers.

Les projets de Normes internationales adoptés par les équipes d'action et les comités permanents sont soumis aux comités nationaux pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 50 % au moins des comités nationaux votants.

La Norme internationale ISO 5764|FIL 108 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits alimentaires*, sous-comité SC 5, *Lait et produits laitiers*, et la Fédération internationale de laiterie (FIL), en collaboration avec l'AOAC International. Elle est publiée conjointement par l'ISO et la FIL, et séparément par l'AOAC International.

L'ensemble des travaux a été confié à l'équipe d'action mixte ISO/FIL/AOAC, *Eau*, du comité permanent chargé des *Composants principaux du lait*, sous la conduite de son chef de projet, Monsieur H.J.C.M. van den Bijgaart (NL).

Cette édition commune de l'ISO 5764|FIL 108 annule et remplace la deuxième édition de la FIL 108:1991, qui a fait l'objet d'une révision technique.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 5764:2002
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/16f547eb-4e99-4de0-8e74-5ce22164023b/iso-5764-2002>

Introduction

La présente Norme internationale décrit une méthode pour la détermination du point de congélation du lait utilisant un cryoscope à thermistance, dans lequel un dispositif à régulation thermostatique est refroidi et une sonde à thermistance est utilisée pour le mesurage du point de congélation.

Cette méthode de référence nécessite l'utilisation d'appareils dont le principe est basé sur la recherche du plateau. Pour des mesurages de routine d'autres méthodes au cryoscope à thermistance, par exemple des méthodes à temps fixé, peuvent être utilisées. Des lignes directrices pour l'application d'autres méthodes sont données en annexe B.

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

[ISO 5764:2002](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/16f547eb-4e99-4de0-8e74-5ce22164023b/iso-5764-2002)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/16f547eb-4e99-4de0-8e74-5ce22164023b/iso-5764-2002>

Lait — Détermination du point de congélation — Méthode au cryoscope à thermistance (Méthode de référence)

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode pour la détermination du point de congélation du lait entier cru, pasteurisé, UHT, ou stérilisé, du lait écrémé et du lait partiellement écrémé, utilisant un cryoscope à thermistance.

Le point de congélation peut être utilisé pour estimer la proportion d'eau étrangère dans le lait. Le calcul de la quantité d'eau étrangère est toutefois compliqué par les variations journalières, saisonnières, etc., et ne fait pas l'objet de la présente Norme internationale.

Les résultats obtenus à partir d'échantillons ayant une acidité supérieure à 20 mg d'une solution d'hydroxyde de sodium à 0,1 mol/l pour 10 g de solides non gras ne seront pas représentatifs du lait d'origine.

NOTE La stérilisation et la pasteurisation sous vide peuvent modifier le point de congélation du lait (voir référence [6]).

2 Références normatives

Les documents normatifs suivants contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui y est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Pour les références datées, les amendements ultérieurs ou les révisions de ces publications ne s'appliquent pas. Toutefois, les parties prenantes aux accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des documents normatifs indiqués ci-après. Pour les références non datées, la dernière édition du document normatif en référence s'applique. Les membres de l'ISO et de la CEI possèdent le registre des Normes internationales en vigueur.

ISO 1042, *Verrerie de laboratoire — Fioles jaugées à un trait*

ISO 3696, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai*

ISO 6091, *Lait sec — Détermination de l'acidité titrable (Méthode de référence)*

3 Terme et définition

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

3.1

point de congélation du lait

valeur obtenue selon la méthode spécifiée dans la présente Norme internationale

NOTE Le point de congélation est exprimé en millidegrés Celsius (m°C).

4 Principe

Surfusion d'une prise d'essai de lait à une température appropriée, et induction de la cristallisation par un procédé permettant un dégagement instantané de chaleur s'accompagnant d'un réchauffement de l'échantillon jusqu'à un plateau. Le plateau est atteint lorsque la montée en température n'a pas excédé 0,5 m°C pendant les dernières 20 s. La température ainsi atteinte correspond au point de congélation de l'échantillon de lait.

L'instrument est étalonné en le réglant pour obtenir les lectures correctes pour deux solutions étalons de chlorure de sodium, selon le même mode opératoire que pour les prises d'essais de lait.

5 Réactifs

Sauf spécification contraire, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnus.

5.1 Eau, de qualité 2 conformément à l'ISO 3696 ou de qualité équivalente distillée dans un appareil en verre borosilicaté.

L'eau doit être bouillie et refroidie à 20 °C ± 2 °C peu de temps avant utilisation.

5.2 Chlorure de sodium (NaCl), broyé finement, séché préalablement dans le four électrique (6.7) pendant 5 h à 300 °C ± 25 °C ou séché dans l'étuve (6.8) à 130 °C ± 2 °C pendant au moins 24 h et refroidi à la température ambiante dans un dessiccateur (6.9).

5.3 Solutions étalons de chlorure de sodium

Peser à 0,1 mg près, dans un sabot de pesée (6.5), la quantité appropriée (voir Tableau 1) de chlorure de sodium préalablement séché (5.2). Le dissoudre dans de l'eau (5.1) et le transvaser quantitativement dans une fiole jaugée (6.6) de 1 000 ml. Ajuster à 1 000 ml avec de l'eau à 20 °C ± 2 °C et mélanger.

Sinon, et de préférence, préparer la solution étalon de chlorure de sodium en grammes par kilogramme (voir Tableau 1, deuxième colonne) en pesant au 0,1 mg près la quantité requise de chlorure de sodium préalablement séché (5.2). Le dissoudre dans exactement 1 kg d'eau (5.1). Répartir la solution préparée dans des bouteilles en polyéthylène (6.10) bien bouchées et d'une capacité maximale de 250 ml, et les conserver à environ 5 °C.

Tableau 1 — Point de congélation de solutions de chlorure de sodium

Solution de NaCl à 20 °C g/l de solution	Solution de NaCl g/kg d'eau	Point de congélation m°C
6,731	6,763	-400,0
6,868	6,901	-408,0
7,587	7,625	-450,0
8,444	8,489	-500,0
8,615	8,662	-510,0
8,650	8,697	-512,0
8,787	8,835	-520,0
8,959	9,008	-530,0
9,130	9,181	-540,0
9,302	9,354	-550,0
9,422	9,475	-557,0
10,161	10,200	-600,0

Avant d'utiliser une solution étalon, retourner et agiter doucement et plusieurs fois la bouteille, afin de mélanger soigneusement son contenu. Ne jamais agiter violemment une solution étalon pour ne pas incorporer d'air. Verser directement les échantillons de solution. Ne jamais utiliser des pipettes pour cette opération. Ne pas utiliser de solutions étalon vieilles de plus de deux mois, contenant des moisissures visibles ou provenant de bouteilles aux trois quarts vides.

Pour cette méthode de référence, il convient d'utiliser exclusivement des solutions étalons de chlorure de sodium sans conservateur. Pour des méthodes de routine des solutions étalons de chlorure de sodium contenant un fongicide ou un fongistatique peuvent être utilisés. Pour plus d'indications voir annexe B.

6 Appareillage

Appareillage courant de laboratoire et, en particulier les dispositifs suivants.

6.1 Cryoscope, constitué d'un dispositif de refroidissement à régulation thermostatique, d'une sonde à thermistance avec un circuit associé, d'un appareil de lecture, d'un agitateur et d'un dispositif de cristallisation (voir Figure 1).

6.1.1 Bain de réfrigération

Plusieurs types de dispositif de refroidissement à régulation thermostatique peuvent être utilisés. Les dispositifs suivants sont donnés à titre d'exemples:

- dispositif de type à immersion: avec bain de refroidissement de capacité tampon adaptées;
- dispositif de type à circulation: avec liquide de refroidissement circulant en continu autour de l'échantillon;
- dispositif de type bloc de refroidissement: bloc de refroidissement avec une faible quantité de liquide de refroidissement.

Une fois que la congélation a démarré, maintenir constante la température du liquide de refroidissement autour du tube à $-7,0\text{ °C} \pm 0,5\text{ °C}$.

NOTE Une solution aqueuse à 33 % (en fraction volumique) de propylène glycol convient comme liquide de refroidissement.

6.1.2 Appareil de mesure avec circuit connexe et dispositif de lecture

La thermistance doit être de type sonde en verre, d'un diamètre maximal de $1,60\text{ mm} \pm 0,4\text{ mm}$ et avec une résistance électrique comprise entre $3\ \Omega$ et $30\text{ k}\Omega$ à 0 °C .

Le type et les dimensions du matériau de la tige, y compris avec un éventuel élément de remplissage, ne doit pas permettre, en conditions de fonctionnement, un transfert de chaleur supérieur à $2,5 \times 10^{-3}\text{ J/s}$ dans l'échantillon.

Quand la sonde est en position de fonctionnement dans le cryoscope, la bille de la thermistance doit se trouver dans l'axe de l'échantillon et à distances égales des parois intérieures et du fond intérieur du tube (voir Figure 1).

La mobilité de la thermistance et du circuit connexe doit permettre à l'opérateur de mesurer une variation de $1\text{ m}^{\circ}\text{C}$ ou inférieure dans une gamme de température comprise entre $-400\text{ m}^{\circ}\text{C}$ et $-600\text{ m}^{\circ}\text{C}$.

Lorsque la thermistance est correctement utilisée, la linéarité du circuit ne doit permettre aucune erreur supérieure à $1\text{ m}^{\circ}\text{C}$ en tout point de la gamme comprise entre $-400\text{ m}^{\circ}\text{C}$ et $-600\text{ m}^{\circ}\text{C}$.

La mobilité du dispositif de lecture doit permettre de relever une variation de $1\text{ m}^{\circ}\text{C}$ ou inférieure sur une gamme comprise au moins entre $0\text{ m}^{\circ}\text{C}$ et $-1\ 000\text{ m}^{\circ}\text{C}$.

6.1.3 Agitateur, barreau en métal inerte vis-à-vis du lait, pour agiter la prise d'essai pendant le refroidissement.

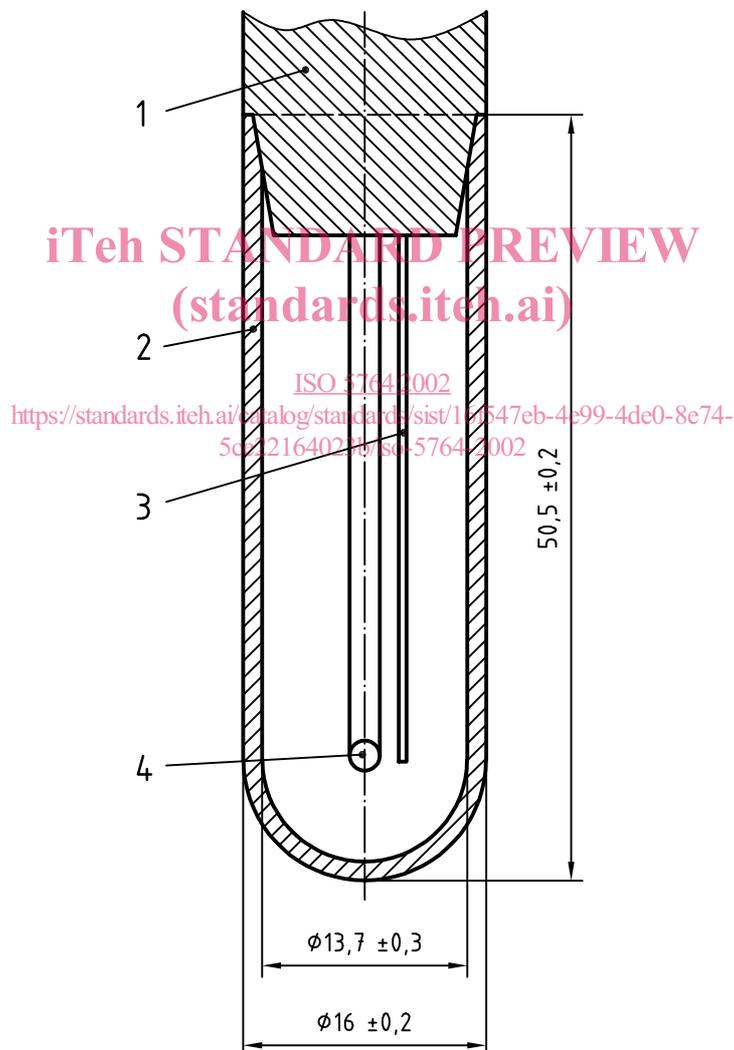
L'agitateur doit être réglé en amplitude et être installé verticalement, selon les instructions du fabricant. Le barreau doit vibrer latéralement avec une amplitude de 2 mm à 3 mm pour permettre à la température de la prise d'essai de rester uniforme pendant le refroidissement. À aucun moment durant son fonctionnement normal le barreau ne doit toucher la sonde à thermistance ou la paroi du tube.

6.1.4 Appareil permettant de démarrer la congélation: tout appareil qui, lorsque actionné, permet de démarrer instantanément la congélation de la prise d'essai lorsque celle-ci atteint $-3,0\text{ }^{\circ}\text{C}$.

L'agitateur (6.1.3) peut être utilisé à cet effet. On pourra notamment augmenter l'amplitude de vibration pendant 1 s à 2 s de façon que l'agitateur touche la paroi du tube à échantillon (6.2).

6.2 Tubes à échantillon, symétriques en verre borosilicaté, de $50,5\text{ mm} \pm 0,2\text{ mm}$ de longueur, $16,0\text{ mm} \pm 0,2\text{ mm}$ de diamètre extérieur et $13,7\text{ mm} \pm 0,3\text{ mm}$ de diamètre intérieur (voir Figure 1).

Dimensions en millimètres



Légende

- | | | | |
|---|--------------------|---|-----------------------------------|
| 1 | Mandrin | 3 | Agitateur |
| 2 | Tube à échantillon | 4 | Bille en verre de la thermistance |

Figure 1 — Détail du cryoscope à thermistance

L'épaisseur de la paroi du tube ne doit en aucun point varier de plus de 0,1 mm.

Les tubes doivent être de forme identique de façon que, pour un même volume de la même solution, un même point de congélation soit obtenu. Avant de les utiliser, vérifier que les tubes sont identiques.

- 6.3 **Alimentation électrique**, répondant aux spécifications du fabricant.
- 6.4 **Balance analytique**, précise à 0,1 mg près.
- 6.5 **Sabot de pesée**.
- 6.6 **Fioles jaugées à un trait**, de 1 000 ml de capacité, conformes aux spécifications de l'ISO 1042, classe A.
- 6.7 **Four électrique**, réglable à $300\text{ °C} \pm 25\text{ °C}$.
- 6.8 **Étuve**, réglable à $130\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$.
- 6.9 **Dessiccateur**.
- 6.10 **Bouteilles en polyéthylène**, d'une capacité maximale de 250 ml, avec bouchon adapté.

7 Échantillonnage

L'échantillonnage ne fait pas partie de la méthode spécifiée dans la présente Norme internationale. L'ISO 707 spécifie une méthode d'échantillonnage recommandée.

Il est important que le laboratoire reçoive un échantillon véritablement représentatif n'ayant pas été endommagé ou modifié pendant le transport ou l'entreposage.

Si nécessaire, les échantillons d'analyse peuvent être conservés à une température comprise entre 0 °C et 6 °C .

Il est préférable de procéder immédiatement à l'essai des échantillons.

8 Étalonnage du cryoscope à thermistance

S'assurer que le cryoscope (6.1) est en état de marche conformément aux instructions du fabricant. Vérifier la position de la sonde, l'amplitude des vibrations de l'agitateur et la température du dispositif de refroidissement (6.1.1).

Choisir deux solutions étalons de chlorure de sodium (voir Tableau 1) qui encadrent étroitement la valeur du point de congélation attendu pour le lait à analyser. De préférence il convient que la différence entre les points de congélation des deux solutions ne soit pas inférieure à 100 m°C . Veiller à ce que la température des solutions étalons de chlorure de sodium et celle des échantillons soient similaires.

Verser à l'aide d'une pipette, une prise d'essai de $2,5\text{ ml} \pm 0,1\text{ ml}$ des solutions de chlorure de sodium dans des tubes à échantillon (6.2) propres et secs et étalonner l'instrument selon les instructions du fabricant. Utiliser des tubes à échantillon du même type que ceux utilisés pour l'essai de l'échantillon. Le cryoscope à thermistance est alors prêt à être utilisé.