

---

---

**Lait et produits laitiers — Détermination  
de la teneur en azote — Méthode pratique  
par combustion selon le principe de  
Dumas**

*Milk and milk products — Determination of nitrogen content — Routine  
method using combustion according to the Dumas principle*

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

[ISO 14891:2002](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/be60383c-a464-4f5a-8798-9325ead5b344/iso-14891-2002)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/be60383c-a464-4f5a-8798-9325ead5b344/iso-14891-2002>



Numéros de référence  
ISO 14891:2002(F)  
FIL 185:2002(F)

**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 14891:2002](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/be60383c-a464-4f5a-8798-9325ead5b344/iso-14891-2002)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/be60383c-a464-4f5a-8798-9325ead5b344/iso-14891-2002>

© 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.org](mailto:copyright@iso.org)  
Web [www.iso.org](http://www.iso.org)

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](mailto:info@fil-idf.org)  
Web [www.fil-idf.org](http://www.fil-idf.org)

Publié en Suisse

## Sommaire

Page

Avant-propos .....	iv, v
<b>1</b> <b>Domaine d'application</b> .....	<b>1</b>
<b>2</b> <b>Référence normative</b> .....	<b>1</b>
<b>3</b> <b>Terme et définition</b> .....	<b>1</b>
<b>4</b> <b>Principe</b> .....	<b>1</b>
<b>5</b> <b>Réactifs</b> .....	<b>2</b>
<b>6</b> <b>Appareillage</b> .....	<b>3</b>
<b>7</b> <b>Échantillonnage</b> .....	<b>3</b>
<b>8</b> <b>Préparation de l'échantillon pour essai</b> .....	<b>4</b>
<b>8.1</b> <b>Généralités</b> .....	<b>4</b>
<b>8.2</b> <b>Échantillons pour essai liquides</b> .....	<b>4</b>
<b>9</b> <b>Mode opératoire</b> .....	<b>4</b>
<b>9.1</b> <b>Généralités</b> .....	<b>4</b>
<b>9.2</b> <b>Prise d'essai</b> .....	<b>4</b>
<b>9.3</b> <b>Contrôle du besoin en oxygène</b> .....	<b>4</b>
<b>9.4</b> <b>Étalonnage</b> .....	<b>5</b>
<b>9.5</b> <b>Dosage</b> .....	<b>5</b>
<b>9.6</b> <b>Détection et intégration</b> .....	<b>5</b>
<b>10</b> <b>Calcul et expression des résultats</b> .....	<b>6</b>
<b>10.1</b> <b>Calcul</b> .....	<b>6</b>
<b>10.1.1</b> <b>Teneur en azote</b> .....	<b>6</b>
<b>10.1.2</b> <b>Teneur en protéines totales</b> .....	<b>6</b>
<b>10.2</b> <b>Expression des résultats</b> .....	<b>6</b>
<b>11</b> <b>Fidélité</b> .....	<b>6</b>
<b>11.1</b> <b>Essais interlaboratoires</b> .....	<b>6</b>
<b>11.2</b> <b>Répétabilité</b> .....	<b>6</b>
<b>11.3</b> <b>Reproductibilité</b> .....	<b>7</b>
<b>12</b> <b>Rapport d'essai</b> .....	<b>8</b>
<b>Annexe A</b> (informative) <b>Schéma fonctionnel d'un appareil de Dumas</b> .....	<b>9</b>
<b>Annexe B</b> (informative) <b>Schéma fonctionnel des appareils de Dumas appropriés</b> .....	<b>10</b>
<b>Annexe C</b> (informative) <b>Étalonnage du matériel</b> .....	<b>12</b>
<b>Annexe D</b> (informative) <b>Comparaison entre les résultats obtenus par la méthode Dumas et les résultats obtenus par la méthode Kjeldahl</b> .....	<b>14</b>
<b>Bibliographie</b> .....	<b>15</b>

## 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.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. 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.

L'ISO 14891|FIL 185 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.

Les Annexes A, B, C et D sont données uniquement à titre d'information.

ISO 14891:2002  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/be60383c-a464-4f5a-8798-9325ead5b344/iso-14891-2002>

## Avant-propos

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.

L'ISO 14891|FIL 185 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, *Composés azotés*, du Comité permanent chargé des *Composés principaux du lait*, sous la conduite de son chef de projet, Prof. H. Frister (Allemagne).

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

[ISO 14891:2002](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/be60383c-a464-4f5a-8798-9325ead5b344/iso-14891-2002)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/be60383c-a464-4f5a-8798-9325ead5b344/iso-14891-2002>

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

ISO 14891:2002

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/be60383c-a464-4f5a-8798-9325ead5b344/iso-14891-2002>

# Lait et produits laitiers — Détermination de la teneur en azote — Méthode pratique par combustion selon le principe de Dumas

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode pratique pour la détermination de la teneur en azote total du lait et des produits laitiers.

## 2 Référence normative

Le document normatif suivant contient 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 l'édition la plus récente du document normatif indiqué 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 8968-1 | FIL 20-1, *Lait — Détermination de la teneur en azote — Partie 1: Méthode Kjeldahl.*

[ISO 14891:2002](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/be60383c-a464-4f5a-8798-9325ead5b344/iso-14891-2002)

## 3 Terme et définition

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/be60383c-a464-4f5a-8798-9325ead5b344/iso-14891-2002>

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

### 3.1

#### **teneur en azote**

fraction massique en azote total, déterminée selon le mode opératoire spécifié dans la présente Norme internationale

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

## 4 Principe

Destruction d'une prise d'essai par chauffage dans un tube à combustion à haute température (de 900 °C à 1 200 °C) sous atmosphère d'oxygène selon le principe de Dumas. Élimination de tous les composants interférents du mélange gazeux obtenu. Transformation en azote moléculaire de tout composé azoté formé. Dosage quantitatif au moyen d'un détecteur de conductivité thermique. Calcul informatique de la teneur en azote de l'échantillon.

## 5 Réactifs

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue ou des réactifs d'une pureté équivalente selon les spécifications des fabricants d'appareils.

**5.1 Gaz vecteur:** utiliser l'un des gaz cités en 5.1.1 et en 5.1.2.

**5.1.1 Dioxyde de carbone** ( $\text{CO}_2$ ), d'une pureté de 99,9 % (fraction volumique) pour les échantillons à teneur modérée en azote; d'une pureté de 99,995 % (fraction volumique) pour les échantillons à faible teneur en azote.

**5.1.2 Hélium** (He), d'une pureté de 99,996 % (fraction volumique).

**5.2 Oxygène** ( $\text{O}_2$ ), d'une pureté de 99,995 % (fraction volumique).

**5.3 Produit absorbant le dioxyde de soufre**, par exemple le chromate de plomb, afin d'éliminer toute trace de composés soufrés des produits de combustion.

**5.4 Catalyseur au platine et à l'oxyde de cuivre** (utilisé comme matière de remplissage du tube de postcombustion).

Le catalyseur au platine (5 % de platine sur de l'oxyde d'aluminium) est mélangé à de l'oxyde de cuivre dans un rapport de 1:7, 1:8 ou 1:9.

Afin d'éviter une séparation de ces deux matériaux en raison de leurs différences de masse volumique, il n'est pas recommandé de préparer le mélange avant de remplir le tube. Il est conseillé de verser simultanément le catalyseur au platine et à l'oxyde de cuivre dans le tube de postcombustion, en utilisant un entonnoir adapté.

**5.5 Laine de fer.**

Il convient de désagréger la laine de fer avant de l'introduire dans le tube de postcombustion ou de réduction.

**5.6 Silice (quartz) ou laine de verre.**

**5.7 Cuivre ou tungstène** (sous forme de fils, de copeaux ou de poudre), convenant pour le remplissage du tube de réduction.

Pour obtenir une plus grande fidélité des résultats analytiques dans le cas de faibles teneurs en azote, l'utilisation de fils de cuivre ou de tungstène est recommandée.

**5.8 Pentoxyde de phosphore** ( $\text{P}_2\text{O}_5$ ) ou **perchlorate de magnésium en granulés** [ $\text{Mg}(\text{ClO}_4)_2$ ], ou autre matériau de support approprié, afin de remplir les tubes de déshydratation.

**5.9 Sphères creuses de corindon ou pastilles d'oxyde d'aluminium**, convenant pour le remplissage du tube de combustion.

**5.10 Oxyde de cuivre** ( $\text{CuO}$ ), jugé convenable pour le remplissage du tube de combustion.

**5.11 Hydroxyde de sodium** ( $\text{NaOH}$ ), sur un matériau de support.

**5.12 Composés standards d'azote**, par exemple acide aspartique ( $\text{C}_4\text{H}_7\text{NO}_4$ ), acide éthylènediamine tétraacétique ( $\text{C}_{10}\text{H}_{16}\text{N}_2\text{O}_8$ ) (voir Annexe C) ou autres matériaux de référence appropriés, de teneur en azote connue et constante (par exemple urée, tyrosine, phénylalanine). Il convient que l'essai donne une valeur supérieure ou égale à 99 %.

En vue d'un bon étalonnage (voir 9.4), utiliser un composé standard d'azote pour préparer une série d'étalons par prises d'essai égales d'environ 5 mg d'azote pour une gamme de teneurs en azote allant de 4 mg à 100 mg. Préparer une seconde série d'étalons par prises d'essai égales d'environ 10 mg d'azote pour une gamme de teneurs en azote allant de 10 mg à 200 mg.



## 6 Appareillage

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

**6.1 Balance analytique**, précise à 0,000 1 g près.

**6.2 Étuve**, permettant de maintenir une température comprise entre 105 °C et 110 °C.

**6.3 Creusets** (par exemple en acier inoxydable) ou **nacelles en céramique** ou **capsules en étain**, adaptés à l'appareil de Dumas utilisé.

NOTE 1 Un certain nombre d'appareils disponibles dans le commerce sont fournis avec un échantillonneur automatique.

NOTE 2 Certains échantillons sous forme solide (par exemple des poudres) peuvent être agglomérés de façon à obtenir des pastilles.

**6.4 Appareil de Dumas**, équipé d'un détecteur de conductivité thermique et d'un dispositif d'intégration du signal.

Les appareils de Dumas disponibles sur le marché fonctionnent selon le principe général décrit dans l'Annexe A, malgré des disparités d'aspect, de composition et de fonctionnement.

Les schémas correspondant à deux types d'appareils disponibles dans le commerce figurent, à titre d'exemple, dans l'Annexe B (Figures B.1 et B.2).

NOTE Il s'est avéré que les appareils fabriqués par Elementar Analysensysteme GmbH et par LECO Instruments<sup>1)</sup> sont adaptés à cet usage.

Afin d'éviter des fuites, les joints toriques utilisés pour assurer l'étanchéité doivent être légèrement lubrifiés, sous vide poussé, avant d'être mis en place.

L'expérience montre qu'il est important de nettoyer soigneusement toutes les pièces de silice et les matériaux en verre, et d'ôter les traces de doigts sur les tubes au moyen d'un solvant approprié (par exemple acétone) avant de placer ces derniers dans l'étuve.

## 7 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.

Il est important que le laboratoire reçoive un échantillon réellement représentatif et qui n'a été ni endommagé ni modifié pendant le transport ou le stockage.

---

1) Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente Norme internationale et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif des produits ainsi désignés.

## 8 Préparation de l'échantillon pour essai

### 8.1 Généralités

Préparer l'échantillon pour essai de façon à obtenir une prise d'essai homogène et représentative du produit.

La préparation des échantillons pour essai peut s'effectuer selon les instructions figurant en 8.1 de l'ISO 6732:1985.

NOTE Dans le futur, la préparation de l'échantillon pour essai pourra toutefois se faire de manière automatique.

### 8.2 Échantillons pour essai liquides

Pour les échantillons liquides, tels que le lait et le lactosérum, le mode opératoire de prédéshydratation suivant est recommandé lorsque des appareils sont mis en œuvre qui impliquent l'utilisation de nacelles d'échantillonnage ou de creusets métalliques.

Peser dans une nacelle ou un creuset, à 0,000 1 g près, entre 0,5 g et 3,5 g de l'échantillon pour essai préparé (en fonction de la teneur en azote et du type d'appareil), puis déshydrater pendant 1 h dans une étuve (6.2) réglée à une température comprise entre 105 °C et 110 °C. Si le nombre d'échantillons placés dans l'étuve est proche de la capacité maximale de 50 échantillons, le temps de déshydratation sera plus important. S'assurer que le contenu des nacelles ou des creusets est sec avant de retirer ces derniers de l'étuve.

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

## 9 Mode opératoire

### 9.1 Généralités

ISO 14891:2002

Étant donné que les appareils de Dumas disponibles dans le commerce ont des configurations et des modes d'utilisation différents, l'opérateur doit suivre attentivement les instructions du fabricant concernant l'installation, l'optimisation, l'étalonnage et l'utilisation des appareils. Mettre l'appareil en position de marche et le laisser se stabiliser pendant environ 1 h.

Afin de s'assurer de l'obtention de résultats équivalents, il convient d'utiliser régulièrement, s'il en existe, des matériaux de référence pour évaluer l'efficacité des appareils. Si nécessaire, il est possible d'utiliser un facteur spécifique de correction matrice/appareils, obtenu à partir de ces mesures.

S'il n'existe pas de matériaux de référence, il est recommandé de procéder régulièrement à des comparaisons par la méthode Kjeldahl décrite dans l'ISO 8968-1 | FIL 20-1.

### 9.2 Prise d'essai

Peser, à 0,000 1g près, au moins 0,2 g de l'échantillon pour essai (8.1 ou 8.2) dans un creuset ou une nacelle en céramique ou une capsule en étain (6.3). Pour les échantillons à teneur en protéines < 1 % (fraction massique), la quantité de prise d'essai peut aller jusqu'à 3,5 g, selon l'équipement de Dumas employé et la nature de la prise d'essai.

### 9.3 Contrôle du besoin en oxygène

Pour certains types d'équipements de Dumas, il est nécessaire de procéder à une estimation du besoin en oxygène de la prise d'essai. Le résultat des calculs du besoin en oxygène correspondant à des composés utilisés pour l'étalonnage est donné dans le Tableau C.1 de l'Annexe C. Pour les appareils équipés d'un moyen de contrôle de l'oxygène auto-optimisant, la teneur résiduelle en oxygène doit être comprise entre 2 % et 8 %.

## 9.4 Étalonnage

Les composés purs dont la teneur en azote (5.12) est connue et constante (par exemple l'acide aspartique) sont utilisés pour l'étalonnage à long terme des appareils. Pour l'élaboration de la courbe d'étalonnage, il convient de choisir le composé et sa quantité de façon à pouvoir détecter une quantité absolue d'azote comprise entre 4 mg et 100 mg. Pour l'étalonnage, utiliser entre 10 et 20 échantillons à peu près (ou davantage), également répartis sur la gamme de masses de l'azote. Les mêmes conditions doivent être appliquées pour les quantités comprises entre 10 mg et 200 mg d'azote. Pour des quantités d'azote supérieures à 200 mg, la courbe d'étalonnage est normalement non linéaire. Dans la section non linéaire correspondante, plusieurs zones linéaires peuvent être utilisées pour l'étalonnage. Afin de garantir la qualité de l'étalonnage dans cette section, il convient de faire des ajouts dosés de 1 mg à 5 mg d'azote.

L'échantillonnage peut également être effectué à l'aide de solutions aqueuses étalons.

Avant de procéder à une série de dosages, vérifier la qualité de réponse des appareils en testant au moins trois étalons dont la teneur en azote est connue. Lorsque la réponse est constante et que les valeurs obtenues correspondent aux conditions de l'étalonnage à long terme définies précédemment, procéder à la détermination du facteur d'étalonnage quotidien en analysant au moins quatre étalons contenant davantage d'azote que les échantillons à analyser.

Utiliser ce facteur pour l'étalonnage de la série de mesures réelles.

Un réétalonnage total est nécessaire si le facteur d'étalonnage quotidien s'écarte de plus de 10 % de la valeur prévue, dans un sens ou dans l'autre, ou si des composants essentiels des appareils, ayant une influence directe sur l'étalonnage (par exemple le détecteur de conductivité thermique) ont été remplacés.

## 9.5 Dosage

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

Mettre en marche l'appareil et y introduire la prise d'essai conformément aux instructions du fabricant.

Pendant l'analyse, les processus suivants se déroulent dans les appareils (voir Figures B.1 et B.2).  
ISO 14891:2002  
9325ead5b344/iso-14891-2002

La prise d'essai est soumise à une combustion quantitative dans des conditions normalisées. Les produits volatils issus de la décomposition (principalement l'azote, les oxydes d'azote, le dioxyde de carbone et l'eau) sont transportés par le gaz vecteur soit directement, soit à travers une colonne de lest, s'il y en a une, fournie avec les appareils. Les oxydes d'azote sont réduits en azote moléculaire et l'oxygène en excès est lié sur le cuivre dans la colonne de réduction.

L'eau est éliminée au moyen d'un condenseur thermoélectrique, de perchlorate de magnésium ou d'autres agents de déshydratation. À moins que le dioxyde de carbone ne soit utilisé comme gaz vecteur, il est éliminé après passage sur un matériau absorbant approprié, par exemple de l'hydroxyde de sodium sur un matériau de support.

Les composés interférents, par exemple l'halogène volatil et les composés soufrés, sont éliminés au moyen de matériaux absorbants ou de matériaux de rétention (par exemple de la laine de fer, de l'hydroxyde de sodium sur un matériau de support approprié ou tout autre produit proposé par le fabricant de l'appareil).

L'azote présent dans le mélange gazeux résiduel composé de l'azote et du gaz vecteur est acheminé à travers un détecteur de conductivité thermique.

## 9.6 Détection et intégration

Une cuve de conductivité thermique sensible, munie d'un système de mise à zéro automatique entre les mesures des prises d'essai individuelles et optimisée pour le gaz vecteur employé, est utilisée pour le dosage quantitatif de l'azote. Après amplification et conversion de l'analogique au numérique du signal fourni par le détecteur, les données obtenues sont traitées par un microprocesseur et transférées sur ordinateur.