

NORME
INTERNATIONALE

ISO
15323

FIL
173

Première édition
2002-09-01

**Protéines lactiques sèches —
Détermination de l'indice de solubilité de
l'azote**

Dried milk protein products — Determination of nitrogen solubility index

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 15323:2002](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4e47a528-49f9-4da6-a1f2-504300015546/iso-15323-2002)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4e47a528-49f9-4da6-a1f2-504300015546/iso-15323-2002>



Numéros de référence
ISO 15323:2002(F)
FIL 173:2002(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 15323:2002](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4e47a528-49f9-4da6-a1f2-504300015546/iso-15323-2002)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4e47a528-49f9-4da6-a1f2-504300015546/iso-15323-2002>

© 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
Web 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
Web www.fil-idf.org

Version française parue en 2003

Publié en Suisse

Avant-propos ISO

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 15323|FIL 173 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'Annexe A de la présente Norme internationale est donnée uniquement à titre d'information.

ISO 15323:2002
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4e47a528-49f9-4da6-a1f2-504300015546/iso-15323-2002>

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.

L'ISO 15323|FIL 173 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, *Propriétés physiques des produits laitiers secs*, sous la conduite de son chef de projet, Dr P. Paquin (CA).

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 15323:2002](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4e47a528-49f9-4da6-a1f2-504300015546/iso-15323-2002)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4e47a528-49f9-4da6-a1f2-504300015546/iso-15323-2002>

Protéines lactiques sèches — Détermination de l'indice de solubilité de l'azote

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination de l'indice de solubilité de l'azote (NSI) des produits à base de protéines lactiques sèches. Cette détermination est un moyen pour estimer la solubilité des composés azotés.

2 Références normatives

Les documents normatifs suivants contiennent des dispositions qui par suite de la référence qui en 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 la CEI et de l'ISO possèdent le registre des normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 8968-1 | FIL 20-1, *Lait — Détermination de la teneur en azote — Partie 1: Méthode Kjeldahl*

ISO 8968-2 | FIL 20-2, *Lait — Détermination de la teneur en azote — Partie 2: Méthode de minéralisation en bloc (Méthode macro)*

3 Terme et définition

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

3.1

indice de solubilité de l'azote

rapport entre la teneur en azote du liquide surnageant après centrifugation d'une dispersion en milieu aqueux du produit et la teneur en azote d'une dispersion en milieu aqueux avant centrifugation, dans les conditions spécifiées dans la présente Norme internationale

NOTE L'indice de solubilité de l'azote (NSI) est exprimé en pourcentage.

4 Principe

Dispersion dans de l'eau d'une prise d'essai, à une valeur de pH donnée, et détermination de la teneur en azote de la dispersion. Centrifugation d'une partie de la dispersion et détermination de la teneur en azote du liquide surnageant filtré. Calcul du rapport entre les deux teneurs en azote obtenues.

5 Réactifs

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

5.1 Solution d'hydroxyde de sodium, $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$ environ.

5.2 Solution d'acide chlorhydrique, $c(\text{HCl}) = 0,1 \text{ mol/l}$ environ.

5.3 Réactifs pour la détermination de l'azote, conformément à l'ISO 8968-1|FIL 20-1 ou à l'ISO 8968-2|FIL 20-2.

6 Appareillage

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

6.1 Balance analytique, capable de peser à 0,001 g près.

6.2 Bécher, de 250 ml de capacité.

6.3 Fiole jaugée, à un trait, de 100 ml de capacité.

6.4 Éprouvette graduée, de 100 ml de capacité.

6.5 Petits entonnoirs en verre.

6.6 Flacon de lavage.

6.7 Agitateur magnétique.

6.8 Centrifugeuse à angle fixe, avec contrôle de la température pour maintenir une température de $22 \text{ °C} \pm 2 \text{ °C}$ et capable de produire une accélération radiale de 3 000 g au fond des tubes à centrifuger.

6.9 Tubes à centrifuger, de 50 ml de capacité.

6.10 pH-mètre, affichant une précision de 0,05 unités de pH.

6.11 Papier-filtre, filtration moyenne (Whatman n° 1¹), ou équivalent, est approprié.

7 Échantillonnage

Il est important que le laboratoire reçoive un échantillon réellement représentatif, non endommagé ou modifié lors du transport ou du stockage.

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 (FIL 50).

Conserver l'échantillon pour essai de façon à éviter toute détérioration ou modification de sa composition.

1) Whatman n° 1 est un exemple de produit approprié disponible sur le marché. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente Norme internationale et ne signifie nullement que l'ISO ou la FIL approuvent ou recommandent l'emploi exclusif du produit ainsi désigné.

8 Préparation de l'échantillon pour essai

Mélanger intimement l'échantillon pour essai par des rotations et des inversions répétées du récipient contenant l'échantillon. Conserver l'échantillon dans son récipient pour éviter l'absorption d'eau.

Si nécessaire, transvaser l'échantillon dans un récipient fermé et étanche d'un volume suffisant pour effectuer cette opération.

9 Mode opératoire

9.1 Prise d'essai

Peser à 0,001 g près, dans le bécher (6.2), une masse de l'échantillon pour essai préparé (Article 8), équivalente à environ 1 g de protéine (0,16 g d'azote).

9.2 Détermination

9.2.1 Ajouter graduellement de l'eau à $22\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ à la prise d'essai jusqu'à un volume total d'environ 75 ml. Agiter le mélange, tout en ajoutant l'eau, et désagréger tous les grumeaux.

Ajuster, si nécessaire, le pH (6.10) de cette dispersion à $7,00 \pm 0,55$ avec l'hydroxyde de sodium (5.2) ou l'acide chlorhydrique (5.3). Utiliser de l'eau pour rincer l'électrode du pH-mètre. Agiter la dispersion avec un agitateur magnétique (6.7) pendant 2 h à $22\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$. Réajuster, si nécessaire, le pH de la dispersion à 7,0, après 1 h d'agitation.

9.2.2 Transférer la dispersion dans une fiole jaugée à un trait de 100 ml (6.3). Rincer soigneusement tout le contenu du bécher dans la fiole jaugée. Compléter avec de l'eau jusqu'au repère et mélanger parfaitement.

9.2.3 Prélever une part aliquote appropriée de la dispersion (9.2.2). Déterminer immédiatement sa teneur en azote en appliquant la méthode Kjeldahl selon l'ISO 8968-1|FIL 20-1 ou l'ISO 8968-2|FIL 20-2.

Les produits peu solubles (par exemple poudre de lactalbumine) ont tendance à provoquer une mauvaise répétabilité. Dans ces cas, il convient de déterminer la teneur en azote sur une prise d'essai des produits pulvérulents eux-mêmes. Il convient d'utiliser cette teneur en azote pour le calcul final. Le taux d'humidité de l'échantillon pour essai peut influencer le résultat.

9.2.4 Laisser reposer la dispersion pendant 2 min. Décanter 35 ml de la dispersion, en utilisant l'éprouvette graduée (6.4), dans un tube à centrifuger (6.9).

Centrifuger (6.8) à la fréquence de rotation nécessaire pour produire une accélération radiale de 3 000 g à 22 °C pendant 10 min. Transférer le liquide surnageant à travers le papier-filtre (6.11). Prendre garde à ne transférer aucun sédiment dans le filtre.

9.2.5 Prélever une part aliquote appropriée du liquide surnageant filtré (9.2.4). Déterminer la teneur en azote dans le liquide surnageant filtré en appliquant la méthode Kjeldahl selon l'ISO 8968-1|FIL 20-1 ou l'ISO 8968-2|FIL 20-2.

10 Calcul et expression des résultats

10.1 Calcul

Calculer l'indice de solubilité de l'azote (NSI) à l'aide de l'équation suivante:

$$\text{NSI} = \frac{w_s}{w_d} \times 100 \%$$

où

NSI est l'indice de solubilité de l'azote de l'échantillon, exprimé en pourcentage;

w_s est la teneur en azote du liquide surnageant obtenu en 9.2.5, exprimée en grammes par 100 ml;

w_d est la teneur en azote de la dispersion obtenue en 9.2.3, exprimée en grammes par 100 ml.

10.2 Expression des résultats

Exprimer les résultats à une décimale près.

11 Fidélité

11.1 Essai interlaboratoires

Les détails d'un essai interlaboratoires relatif à la fidélité de la méthode sont résumés dans l'Annexe A. Les valeurs dérivées de cet essai interlaboratoires peuvent ne pas s'appliquer aux plages de concentrations ou matrices autres que celles données.

NOTE La FIL 135 fournit des directives spécifiques sur les essais interlaboratoires et sur les méthodes d'analyse des produits laitiers. Elle est basée sur l'ISO 5725.

11.2 Répétabilité

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 que dans 5 % des cas au plus la limite de reproductibilité, r , donnée pour chaque type de poudre de protéine mentionné dans le Tableau A.1.

11.3 Reproductibilité

La différence absolue entre deux résultats d'essai individuels, obtenus à l'aide de la même méthode sur un matériau identique soumis à l'essai dans des laboratoires différents par des opérateurs différents utilisant un appareillage différent, n'excédera que dans 5 % des cas au plus la limite de reproductibilité, R , donnée pour chaque type de poudre de protéine mentionné dans le Tableau A.1.

12 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit indiquer:

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

Annexe A (informative)

Résultats de l'essai interlaboratoires

Un essai collaboratif international a été effectué sur les trois types de poudres de protéines mentionnés dans le Tableau A.1. L'essai a été organisé par l'Équipe d'Action mixte ISO/FIL/AOAC, *Propriétés physiques des produits laitiers secs*. Les résultats obtenus ont été soumis à une analyse statistique conformément à l'ISO 5725²⁾ pour donner les valeurs de fidélité indiquées dans le Tableau A.1 et ont été publiés (voir référence [6]).

Tableau A.1 — Valeurs de fidélité pour différentes poudres de protéines

Produit	Nombre de laboratoires	Valeurs NSI moyennes	Répétabilité			Reproductibilité		
			r	s_r	RSD	R	s_R	RSD
Concentré de protéine de lactosérum	10	92,16 %	3,00	1,06	1,15	8,61	3,04	3,30
Coprécipité	11	85,31 %	1,87	0,66	0,77	2,58	0,91	1,07
Caséinate	13	100,37 %	1,87	0,66	0,66	2,71	0,96	0,96

ITeH STANDARD PREVIEW
 (standards.iteh.ai)

ISO 15323:2002

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4e47a528-49f9-4da6-a1f2-504300015546/iso-15323-2002>

2) Les valeurs de fidélité ont été obtenues en utilisant l'ISO 5725:1986 (à présent annulée).