

NORME
INTERNATIONALE

ISO
5739

FIL
107

Deuxième édition
2003-01-15

**Caséines et caséinates — Détermination
de la teneur en particules brûlées et en
matières exogènes**

*Caseins and caseinates — Determination of contents of scorched
particles and of extraneous matter*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 5739:2003](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d9d96c75-3b17-4662-98d2-43a09030a43a/iso-5739-2003)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d9d96c75-3b17-4662-98d2-43a09030a43a/iso-5739-2003>



Numéros de référence
ISO 5739:2003(F)
FIL 107:2003(F)

© ISO et FIL 2003

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 5739:2003](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d9d96c75-3b17-4662-98d2-43a09030a43a/iso-5739-2003)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d9d96c75-3b17-4662-98d2-43a09030a43a/iso-5739-2003>

© ISO et FIL 2003

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

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos ISO.....	iv
Avant-propos FIL	v
Introduction	vi
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principe	1
5 Réactifs	1
6 Appareillage	2
7 Échantillonnage	3
8 Mode opératoire	3
8.1 Préparation de l'échantillon pour essai	3
8.2 Prise d'essai	4
8.3 Détermination	4
9 Évaluation et expression des résultats	5
9.1 Évaluation	5
9.2 Expression des résultats	6
10 Fidélité	6
10.1 Répétabilité	6
10.2 Reproductibilité	6
11 Rapport d'essai	6
Annexe A (normative) Contrôle des disques filtrants	7
Annexe B (normative) Préparation des disques étalons de particules filtrantes	10
Bibliographie	12

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 2.

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 du présent document 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 5739|FIL 107 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 de l'ISO 5739|FIL 107 annule et remplace la première édition de l'ISO 5739:1983, dont elle constitue une révision technique.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 5739:2003
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d9d96c75-3b17-4662-98d2-43a09030a43a/iso-5739-2003>

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 5739|FIL 107 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 du lait sec*, du Comité permanent chargé des *Composants mineurs du lait et de la caractérisation des propriétés physiques*, sous la conduite de son chef de projet, Monsieur J. de Vilder (BE).

Cette édition de l'ISO 5739|FIL 107 annule et remplace la première édition de la FIL 107A:1995 dont elle constitue une révision technique.

PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 5739:2003](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d9d96c75-3b17-4662-98d2-43a09030a43a/iso-5739-2003)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d9d96c75-3b17-4662-98d2-43a09030a43a/iso-5739-2003>

Introduction

La méthode repose sur des techniques élaborées par le Ministère de l'Agriculture des États-Unis (USDA) pour la détermination des particules brûlées dans le lait en poudre.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 5739:2003](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d9d96c75-3b17-4662-98d2-43a09030a43a/iso-5739-2003)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d9d96c75-3b17-4662-98d2-43a09030a43a/iso-5739-2003>

Caséines et caséinates — Détermination de la teneur en particules brûlées et en matières exogènes

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination de la teneur en particules brûlées et de la teneur en matières exogènes des caséines et des caséinates.

2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 3310-1, *Tamis de contrôle — Exigences techniques et vérifications — Partie 1: Tamis de contrôle en tissus métalliques*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

3.1

teneur en particules brûlées des caséines et des caséinates

quantité de résidu coloré, rapportée à 25 g d'échantillon, déterminée et classée selon le mode opératoire spécifié dans la présente Norme internationale

NOTE La teneur en particules brûlées s'exprime sous la forme d'une lettre de classement.

3.2

matière exogène

tout corps étranger pouvant se trouver dans le produit en cause, par suite d'opérations ou de conditions défectueuses aux stades de la production, du stockage ou de la distribution

4 Principe

Dissolution d'une prise d'essai dans une solution chaude de carbonate de sodium, de polyphosphate de sodium ou de sel disodique de l'acide éthylènediaminetétracétique (EDTA), ou dans une solution d'hydroxyde de sodium à la température ambiante ou à $60\text{ °C} \pm 1\text{ °C}$. La solution obtenue est filtrée sur un disque filtrant sur lequel les particules brûlées se déposent. Ce disque est ensuite séché et comparé visuellement avec des disques étalons de particules brûlées.

5 Réactifs

N'utiliser, sauf spécification contraire, que des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau distillée ou déminéralisée ou de l'eau de pureté au moins équivalente.

5.1 Solution de carbonate de sodium (Na_2CO_3), pour les caséines acides et les caséinates.

Dissoudre dans une fiole conique de 1 000 ml (6.2) contenant de l'eau 100 g de carbonate de sodium anhydre. Diluer à 1 000 ml avec de l'eau et homogénéiser jusqu'à dissolution complète. Filtrer la solution à l'aide de l'appareil de filtration (6.6) et du disque filtrant (6.5) dans une autre fiole conique de 1 000 ml.

5.2 Solution de polyphosphate de sodium ($\text{Na}_5\text{P}_3\text{O}_{10}$), pour les caséines présure.

Dissoudre dans une fiole conique de 1 000 ml (6.2) contenant de l'eau 20 g de polyphosphate de sodium (tripolyphosphate ou un polyphosphate plus condensé comme ceux utilisés dans la fabrication des fromages fondus). Diluer à 1 000 ml avec de l'eau et homogénéiser jusqu'à dissolution complète. Filtrer la solution à l'aide de l'appareil de filtration (6.6) et du disque filtrant (6.5) dans une autre fiole conique de 1 000 ml.

5.3 Solution de sel disodique de l'acide éthylènediaminetétracétique ($\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{Na}_2\text{O}_8$), pour les caséinates de calcium.

Dissoudre dans une fiole conique de 1 000 ml (6.2) contenant de l'eau 100 g du sel disodique dihydraté de l'acide éthylènediaminetétracétique (EDTA). Diluer à 1 000 ml avec de l'eau et homogénéiser jusqu'à dissolution complète. Filtrer la solution à l'aide de l'appareil de filtration (6.6) et du disque filtrant (6.5) dans une autre fiole conique de 1 000 ml.

5.4 Hydroxyde de sodium (NaOH), $c(\text{NaOH}) \approx 1 \text{ mol/l}$.

Utiliser la solution d'hydroxyde de sodium pour les caséines et les caséinates qui ne se dissolvent pas complètement dans les autres réactifs. Dans une fiole conique de 1 000 ml (6.2), dissoudre 40 g d'hydroxyde de sodium dans de l'eau. Diluer à 1 000 ml avec de l'eau et homogénéiser jusqu'à dissolution complète. Filtrer la solution à l'aide de l'appareil de filtration (6.6) et du disque filtrant (6.5) dans une autre fiole conique de 1 000 ml.

5.5 Éthanol, de fraction volumique $95 \% \pm 2 \%$, pour les caséinates.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d9d96c75-3b17-4662-98d2-43a09030a43a/iso-5739-2003>

6 Appareillage

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

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

6.2 Fioles coniques, de 600 ml et de 1 000 ml de capacité.

6.3 Éprouvettes graduées, de 100 ml et de 500 ml de capacité.

6.4 Bain d'eau, réglable à $60 \text{ }^\circ\text{C} \pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$.

6.5 Disques filtrants, de 32 mm de diamètre, adaptables à l'appareil de filtration (6.6).

Il convient que le matériau des disques filtrants soit de préférence en coton. Les disques doivent être à même de retenir les particules brûlées et les matières exogènes entre 5 μm et 10 μm . En outre, les disques doivent être contrôlés selon la méthode spécifiée à l'Annexe A.

6.6 Appareil de filtration, par aspiration ou par pression, ayant une surface filtrante de 28,6 mm de diamètre.

6.7 Dispositif de broyage, permettant, si nécessaire, de broyer l'échantillon pour laboratoire.

Pour ne pas provoquer de perte d'humidité, il convient que le dispositif ne chauffe pas de manière excessive. Ne pas utiliser de broyeur à marteaux.

6.8 Tamis de contrôle, à toile métallique, de 200 mm de diamètre, de 500 µm de dimension nominale d'ouverture, muni d'un réceptacle et conforme aux spécifications de l'ISO 3310-1.

6.9 Disques étalons de particules brûlées, permettant d'indiquer l'augmentation du taux de particules brûlées par classement alphabétique A, B, C et D, respectivement (la Figure 1 montre des exemples).

Si nécessaire, des instructions pour la préparation de ces disques étalons sont données dans l'Annexe B.

NOTE Des clichés des disques étalons sont disponibles au Ministère de l'Agriculture des États-Unis, Service du Marketing Agricole, Washington DC 20250. Les commandes doivent porter le nom et le numéro¹⁾. La Figure 1 montre des exemples de ces disques. Cette illustration ne doit pas être utilisée pour la classification officielle des teneurs en particules brûlées.

6.10 Microscope, avec un grossissement $\times 25$.

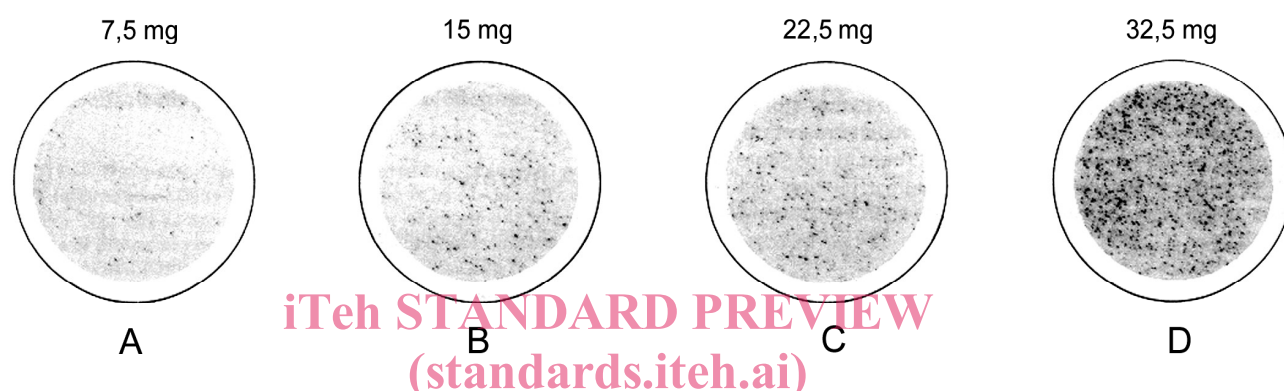


Figure 1 — Exemples de disques pour particules brûlées

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d9d96c75-3b17-4662-98d2-43a09030a43a/iso-5739-2003>

7 Échantillonnage

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.

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.

8 Mode opératoire

8.1 Préparation de l'échantillon pour essai

8.1.1 Bien mélanger l'échantillon pour essai au moyen d'agitations et de retournements répétés du récipient. Si nécessaire, transvaser la totalité de l'échantillon pour essai dans un récipient étanche à l'air, de capacité convenable, en vue de permettre la réalisation de cette opération.

8.1.2 Transférer environ 50 g de l'échantillon pour essai bien mélangé sur le tamis de contrôle (6.8). Si cette fraction d'échantillon pour essai passe complètement ou presque à travers le tamis, utiliser l'échantillon pour essai tel qu'il a été préparé en 8.1.1. Procéder à la préparation de la prise d'essai (8.2) et à la détermination (8.3) le plus rapidement possible après la préparation de l'échantillon.

1) Les «USDA scorched particle standards for dry milks No. 7 CFR 2858 2676» constituent un exemple d'un produit approprié disponible dans le commerce. Cette information est donnée par souci de commodité à l'intention des utilisateurs de la présente Norme internationale et ne saurait constituer un engagement de l'ISO ou de la FIL à l'égard de ce produit.

8.1.3 Si l'échantillon pour essai de 50 g ne passe pas au travers du tamis, le broyer au moyen du dispositif de broyage (6.7) 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 les précautions utiles en vue d'éviter une modification de la teneur en eau du produit. Procéder à la préparation de la prise d'essai (8.2) et à la détermination (8.3) le plus rapidement possible après la préparation.

8.2 Prise d'essai

Peser, à 0,1 g près, 25,0 g \pm 0,1 g de l'échantillon pour essai (8.1.2 ou 8.1.3) et verser cette prise d'essai dans une fiole conique de 600 ml (6.2).

8.3 Détermination

8.3.1 Addition du réactif

NOTE Le pH des solutions obtenues de 8.3.1.1 à 8.3.1.3 et de celles en 8.3.3 a), b), c) pourrait avoir un effet sur la solubilité partielle des particules brûlées. Le pH des solutions peut varier à cause de possibles variations de pH des solutions d'essai. Il est donc recommandé de vérifier et de consigner le pH des solutions obtenues.

8.3.1.1 Caséinates

Ajouter à la prise d'essai (8.2) dans la fiole conique de 600 ml (6.2) 50 ml d'éthanol (5.5). Mélanger jusqu'à ce que la totalité de l'échantillon ait été humectée et ajouter alors 300 ml d'eau filtrée. Laisser la solution d'essai obtenue reposer durant au moins 10 min.

Agiter fréquemment par rotation jusqu'à ce que la totalité de la prise d'essai soit dispersée. Ajouter ensuite 30 ml de la solution de carbonate de sodium (5.1) et agiter de nouveau par rotation. Prendre soin de laver à fond les traces de caséinate adhérant aux parois de la fiole.

Dans le cas d'une prise d'essai contenant des caséinates de calcium ou d'autres caséinates insolubles, ajouter, avant l'addition de la solution de carbonate de sodium (5.1), 30 ml de la solution de sel disodique d'acide éthylènediaminetétracétique (5.3). Laisser la solution d'essai obtenue reposer pendant au moins 10 min.

Agiter fréquemment par rotation jusqu'à ce que la totalité de la prise d'essai soit dispersée. Prendre soin de laver à fond toutes les traces de prise d'essai adhérant aux parois de la fiole. Ajouter ensuite 30 ml de la solution de carbonate de sodium (5.1) et agiter de nouveau.

8.3.1.2 Caséines présure

Ajouter 250 ml d'eau filtrée à la prise d'essai (8.2) dans la fiole conique. Agiter la solution d'essai obtenue et laisser reposer pendant 3 h. Ajouter ensuite 500 ml de la solution de polyphosphate de sodium (5.2). Prendre soin de laver à fond les traces de prise d'essai adhérant aux parois de la fiole conique.

8.3.1.3 Caséines acides

Procéder comme indiqué en 8.3.1.1 en omettant l'addition d'éthanol (5.5) et en utilisant 50 ml de la solution de carbonate de sodium (5.1).

8.3.2 Chauffage et filtration

8.3.2.1 Agiter par rotation le contenu de la fiole conique avec la solution d'essai (8.3.1.1, 8.3.1.2 et 8.3.1.3). Couvrir la fiole et chauffer dans le bain d'eau (6.4) réglé à 60 °C. Agiter à des intervalles réguliers par rotation jusqu'à dissolution complète de la prise d'essai. Le temps nécessaire pour dissoudre la prise d'essai ne doit pas dépasser 45 min.

8.3.2.2 Agiter encore une fois par rotation le contenu de la fiole conique et filtrer sur un disque filtrant (6.5) placé dans l'appareil de filtration (6.6). Rincer la fiole avec deux portions successives de 100 ml d'eau, en entraînant les eaux de rinçage le long des parois de l'appareil de filtration.

8.3.2.3 S'il y a des difficultés pour le passage de la solution au travers d'un disque, ou s'il apparaît sur le disque une quantité appréciable de matières gélatineuses, recommencer les déterminations en utilisant le mode opératoire spécifié en 8.3.3 et en 8.3.4.

8.3.2.4 Retirer le disque filtrant et le laisser sécher ou bien le mettre à sécher en étuve entre 30 °C et 40 °C à l'abri de la poussière.

8.3.3 Addition de réactifs alternatifs

Voir la note en 8.3.1

Lorsque la prise d'essai ne se dissout pas de manière satisfaisante dans les conditions de 8.3.1 et de 8.3.2, procéder de la manière indiquée ci-dessous.

- a) **Pour les caséines acides:** Procéder comme spécifié en 8.3.1.3, mais au lieu d'ajouter 50 ml de la solution de carbonate de sodium (5.1), ajouter 30 ml de la solution d'hydroxyde de sodium (5.4) à la solution d'essai dans la fiole conique et agiter par rotation.
- b) **Pour les caséines présure:** Ajouter 375 ml d'eau filtrée à la prise d'essai de 25 g (8.2) dans la fiole conique. Agiter par rotation et laisser reposer pendant au moins 3 h. Ajouter 37,5 ml de la solution filtrée d'hydroxyde de sodium (5.4) et agiter par rotation.
- c) **Pour les caséinates:** Procéder comme indiqué en 8.3.1.1, mais au lieu d'ajouter 30 ml de la solution de carbonate de sodium (5.1), ajouter 30 ml de la solution d'hydroxyde de sodium (5.4) dans la fiole et agiter par rotation. Ne pas ajouter de solution de sel disodique d'acide éthylènediaminetétracétique (5.3).

8.3.4 Chauffage et filtration dans le cas d'addition de solution d'hydroxyde de sodium (procédure alternative à 8.3.2) <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d9d96c75-3b17-4662-98d2-43a09030a43a/iso-5739-2003>

8.3.4.1 Couvrir le contenu de la fiole [8.3.3 a), b) ou c)] et laisser reposer à température ambiante. Agiter fréquemment par rotation jusqu'à dissolution complète du contenu de la fiole. Procéder comme spécifié en 8.3.2.2 et en 8.3.2.3.

8.3.4.2 Si la prise d'essai contenue dans la fiole n'est pas complètement dissoute, ou si la filtration (8.3.2.2) est difficile, chauffer la fiole recouverte durant 20 min au bain d'eau à 60 °C (6.4). Agiter à intervalles rapprochés la fiole par rotation jusqu'à dissolution complète du contenu. Procéder comme spécifié en 8.3.4.1.

9 Évaluation et expression des résultats

9.1 Évaluation

9.1.1 Teneur en particules brûlées

Comparer le disque ayant servi à l'essai (8.3.2.4) aux disques étalons de particules brûlées (6.9), en l'examinant directement d'en haut sous lumière indirecte uniforme. Attribuer la lettre de classement appropriée au disque ayant servi à l'essai. Si un disque d'essai se trouve en deux disques étalons, lui attribuer la lettre de classification correspondant au taux le plus élevé de particules brûlées.

9.1.2 Matières exogènes

Examiner le disque pour repérer la présence de matières exogènes, à l'aide d'un microscope (6.10) avec grossissement de $\times 25$, pour identification. Signaler toute matière exogène par son nom, son nombre de particules et sa taille.