

NORME  
INTERNATIONALE

ISO  
8968-2

FIL  
20-2

Première édition  
2001-12-15

---

---

**Lait — Détermination de la teneur en  
azote —**

Partie 2:  
**Méthode de minéralisation en bloc  
(Méthode macro)**

iTeh STANDARD PREVIEW

*Milk — Determination of nitrogen content —*

*Part 2: Block-digestion method (Macro method)*

ISO 8968-2:2001

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/962fc5c4-2629-4674-b6d8-e8b840565fe4/iso-8968-2-2001>



Numéros de référence  
ISO 8968-2:2001(F)  
FIL 20-2:2001(F)

© ISO et FIL 2001

**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 8968-2:2001](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/962fc5c4-2629-4674-b6d8-e8b840565fe4/iso-8968-2-2001)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/962fc5c4-2629-4674-b6d8-e8b840565fe4/iso-8968-2-2001>

© ISO et FIL 2001

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

Fédération Internationale de Laiterie  
41 Square Vergote • 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)

Imprimé en Suisse

## Sommaire

Page

Avant-propos .....	iv
1 <b>Domaine d'application</b> .....	1
2 <b>Référence normative</b> .....	1
3 <b>Terme et définition</b> .....	1
4 <b>Principe</b> .....	1
5 <b>Réactifs</b> .....	2
6 <b>Appareillage</b> .....	3
7 <b>Échantillonnage</b> .....	3
8 <b>Préparation de l'échantillon pour essai</b> .....	4
9 <b>Mode opératoire</b> .....	4
9.1 <b>Prise d'essai et prétraitement</b> .....	4
9.2 <b>Détermination</b> .....	4
9.3 <b>Essai à blanc</b> .....	6
9.4 <b>Essais de récupération</b> .....	6
10 <b>Calcul et expression des résultats</b> .....	7
10.1 <b>Calcul de la teneur en azote</b> .....	7
10.2 <b>Calcul de la teneur en matière azotée totale</b> .....	8
11 <b>Fidélité</b> .....	8
11.1 <b>Essai interlaboratoires</b> .....	8
11.2 <b>Répétabilité</b> .....	8
11.3 <b>Reproductibilité</b> .....	8
12 <b>Rapport d'essai</b> .....	9
Bibliographie.....	10

ITeCh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

ISO 8968-2:2001

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/962fe5c4-2629-4674-b6d8->

[e8b840565fe4-iso-8968-2-2001](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e8b840565fe4-iso-8968-2-2001)

## 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 partie de l'ISO 8968 | FIL 20 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 8968-2 | FIL 20-2 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'ISO 8968 | FIL 20 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Lait — Détermination de la teneur en azote*:

- *Partie 1: Méthode Kjeldahl*
- *Partie 2: Méthode de minéralisation en bloc (Méthode macro)*
- *Partie 3: Méthode de minéralisation en bloc (Méthode pratique semi-micro)*
- *Partie 4: Détermination de la teneur en azote non protéique*
- *Partie 5: Détermination de la teneur en azote protéique*

## 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.

La Norme internationale ISO 8968-2|FIL 20-2 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 *Composants principaux du lait*, sous la conduite de son chef de projet, M. D.M. Barbano (États-Unis d'Amérique).

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

ISO 8968-2:2001

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/962fc5c4-2629-4674-b6d8-e8b840565fe4/iso-8968-2-2001>

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

ISO 8968-2:2001

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/962fc5c4-2629-4674-b6d8-e8b840565fe4/iso-8968-2-2001>

# Lait — Détermination de la teneur en azote —

## Partie 2:

## Méthode de minéralisation en bloc (Méthode macro)

**AVERTISSEMENT** — L'utilisation de la présente partie de l'ISO 8968 | FIL 20 peut impliquer l'utilisation de produits et la mise en œuvre de modes opératoires et d'appareillages à caractère dangereux. La présente Norme internationale ne prétend pas aborder tous les risques liés à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur de la présente Norme internationale d'établir, avant de l'utiliser, des pratiques appropriées d'hygiène et de sécurité et de déterminer l'applicabilité de restrictions réglementaires locales.

### 1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 8968 | FIL 20 spécifie une méthode pour la détermination de la teneur en azote du lait liquide, entier ou écrémé, selon le principe de la minéralisation en bloc.

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

### 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 partie de l'ISO 8968 | FIL 20. 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 partie de l'ISO 8968 | FIL 20 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 385-1, *Verrerie de laboratoire — Burettes — Partie 1: Spécifications générales*

### 3 Terme et définition

Pour les besoins de la présente partie de l'ISO 8968 | FIL 20, le terme et la définition suivants s'appliquent.

#### 3.1

##### teneur en azote

rapport de masse d'azote, déterminé par le mode opératoire décrit dans la présente partie de l'ISO 8968 | FIL 20

NOTE La teneur en azote est exprimée sous forme de pourcentage en masse.

### 4 Principe

Minéralisation d'une prise d'essai, au moyen d'un appareil de minéralisation en bloc, avec un mélange d'acide sulfurique concentré et de sulfate de potassium, en utilisant du sulfate de cuivre(II) comme catalyseur pour convertir ainsi l'azote organique présent en sulfate d'ammonium. (La fonction du sulfate de potassium est d'élever le point d'ébullition de l'acide sulfurique et de permettre d'obtenir un mélange oxydant plus fort pour la minéralisation.) Addition d'hydroxyde de sodium excédentaire au minéralisat refroidi pour libérer de l'ammoniac. Distillation de l'ammoniac libéré, à l'aide d'un appareil manuel ou semi-automatique de distillation à la vapeur, dans

un excédent de solution d'acide borique, puis titrage en utilisant de l'acide chlorhydrique. Calcul de la teneur en azote à partir de la quantité d'ammoniac produite.

## 5 Réactifs

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

**5.1 Sulfate de potassium** ( $K_2SO_4$ ), exempt d'azote.

**5.2 Solution de sulfate de cuivre(II)**,  $c(CuSO_4) = 5,0$  g par 100 ml.

Dans une fiole jaugée de 100 ml, dissoudre 5,0 g de sulfate de cuivre(II) pentahydraté ( $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ ) dans de l'eau. Diluer jusqu'au repère avec de l'eau, puis mélanger.

**5.3 Acide sulfurique** ( $H_2SO_4$ ), avec un rapport de masse compris entre 95 % et 98 %, sans azote ( $\rho_{20} =$  environ 1,84 g/ml).

**5.4 Solution d'hydroxyde de sodium** (NaOH), exempte d'azote, contenant 50 g d'hydroxyde de sodium par 100 g de solution.

Il est possible d'utiliser une solution d'hydroxyde de sodium à 40 % au lieu de 50 % s'il y a risque d'obturation du système d'écoulement dans un appareil de distillation automatique.

**5.5 Solution indicatrice.**

Dissoudre 0,1 g de rouge de méthyle dans de l'éthanol à 95 % (rapport de volume) et diluer à 50 ml avec de l'éthanol. Dissoudre 0,5 g de vert de bromocrésol dans de l'éthanol à 95 % (rapport de volume) et diluer à 250 ml avec de l'éthanol. Mélanger une dose de la solution de rouge de méthyle à cinq doses de la solution de vert de bromocrésol ou combiner et mélanger l'ensemble des deux solutions.

**5.6 Solution d'acide borique**,  $c(H_3BO_3) = 40,0$  g/l.

Dans une fiole jaugée de 1 000 ml, dissoudre 40,0 g d'acide borique dans 1 litre d'eau chaude. Laisser refroidir la fiole et son contenu à 20 °C. Compléter au volume avec de l'eau, ajouter 3 ml de la solution indicatrice (5.5) et mélanger. Conserver la solution, qui doit être orange clair, dans une bouteille en verre de borosilicate. Durant le stockage, protéger la solution de la lumière et des sources de vapeurs d'ammoniac.

En cas de titrage électronique du pH avec point final, l'ajout de la solution indicatrice à la solution d'acide borique peut être omis. D'autre part, le changement de couleur peut aussi servir à contrôler le mode opératoire de titrage.

**5.7 Solution volumétrique standard d'acide chlorhydrique**,  $c(HCl) = (0,1 \pm 0,000 5)$  mol/l.

Il est recommandé d'acheter ce matériau déjà prénormalisé, répondant à ces spécifications.

NOTE Souvent, les erreurs systématiques (qui peuvent être évitées) introduites par un analyste qui dilue un acide concentré, puis détermine la molarité de l'acide, peuvent diminuer la reproductibilité de la méthode. Il convient que l'analyste n'utilise pas de solution de titrage de concentration supérieure à 0,1 mol/l car cela réduirait le volume total de titrage par échantillon, et l'incertitude de lecture de la burette représenterait un pourcentage plus élevé de la valeur. Cela aura un impact négatif sur la répétabilité et la reproductibilité de la méthode. Les mêmes problèmes se posent, avec le risque d'erreurs supplémentaires, lorsqu'un autre acide (par exemple l'acide sulfurique) est substitué à l'acide chlorhydrique. Ces substitutions ne sont donc pas recommandées.

**5.8 Sulfate d'ammonium**  $[(NH_4)_2SO_4]$ , ayant une pureté minimale de 99,9 % (rapport de masse) sur matière sèche.

Immédiatement avant l'emploi, sécher le sulfate d'ammonium à  $102 \text{ °C} \pm 2 \text{ °C}$  pendant au moins 2 h. Laisser refroidir à température ambiante dans un dessiccateur.



**5.9 Tryptophane** ( $C_{11}H_{12}N_2O_2$ ) ou **hydrochlorure de lysine** ( $C_6H_{15}ClN_2O_2$ ), ayant une pureté minimale de 99,9 % (rapport de masse).

Ne pas sécher ces réactifs dans une étuve avant l'emploi.

**5.10 Saccharose**, dont la teneur en azote est inférieure à 0,002 % (fraction massique).

Ne pas sécher la saccharose dans une étuve avant l'emploi.

## 6 Appareillage

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

**6.1 Bain d'eau**, pouvant être maintenu à une température de  $38\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ .

**6.2 Balance analytique**, permettant de peser à 0,1 mg près.

**6.3 Bloc de minéralisation**, bloc en alliage d'aluminium ou bloc équivalent, équipé d'un thermostat réglable et d'un dispositif de mesure de la température du bloc.

**6.4 Tubes de minéralisation**, d'une capacité de 250 ml, appropriés pour une utilisation avec le bloc de minéralisation (6.3).

**6.5 Collecteur de sortie**, d'un modèle approprié pour les tubes de minéralisation (6.4).

**6.6 Épurateur centrifuge** ou **pompe filtrante** ou **aspirateur**, en matériau résistant à l'acide et s'adaptant à une utilisation avec le réseau d'alimentation en eau.

**6.7 Burette** ou **pipette automatique**, permettant d'obtenir des doses de 1,0 ml de solution de sulfate de cuivre (5.2).

**6.8 Éprouvettes graduées**, d'une capacité de 25 ml, 50 ml et 100 ml.

**6.9 Appareil de distillation à la vapeur**, manuel ou semi-automatique, pouvant recevoir les tubes de minéralisation de 250 ml (6.4) et les fioles coniques de 500 ml (6.10).

**6.10 Fioles coniques**, d'une capacité de 500 ml, graduées tous les 200 ml.

**6.11 Burette**, d'une capacité de 50 ml, graduée au moins tous les 0,01 ml, conformes aux exigences de l'ISO 385, classe A.

Il est également possible d'utiliser une burette automatique satisfaisant aux mêmes exigences.

**6.12 Dispositif de titrage automatique pourvu d'un pH-mètre.**

Il convient que le pH-mètre soit correctement étalonné dans la gamme de pH 4 à pH 7 selon les méthodes normales d'étalonnage du pH en laboratoire.

## 7 Échantillonnage

L'échantillonnage ne fait pas partie de la méthode spécifiée dans la présente partie de l'ISO 8968 | FIL 20. Une méthode d'échantillonnage recommandée est indiquée dans l'ISO 707.

Il est important que le laboratoire reçoive un échantillon réellement représentatif et n'ayant pas été endommagé ou modifié durant le transport ou le stockage.