

---

---

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

Partie 4:  
**Détermination de la teneur en azote  
non protéique**

iTeh STANDARD PREVIEW

*Milk — Determination of nitrogen content —*

*Part 4: Determination of non-protein-nitrogen content*

ISO 8968-4:2001

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d8ccea8d-e383-4a24-a0ba-064f31e134c/iso-8968-4-2001>



Numéros de référence  
ISO 8968-4:2001(F)  
FIL 20-4:2001(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 8968-4:2001](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d8ccea8d-e383-4a24-a0ba-064f31e134c/iso-8968-4-2001)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d8ccea8d-e383-4a24-a0ba-064f31e134c/iso-8968-4-2001>

© 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>Références normatives</b> .....	1
3 <b>Terme et définition</b> .....	1
4 <b>Principe</b> .....	1
5 <b>Réactifs</b> .....	2
6 <b>Appareillage</b> .....	2
7 <b>Échantillonnage</b> .....	3
8 <b>Préparation de l'échantillon pour essai</b> .....	3
9 <b>Mode opératoire</b> .....	3
9.1 <b>Prise d'essai</b> .....	3
9.2 <b>Détermination</b> .....	3
9.3 <b>Essai à blanc</b> .....	4
10 <b>Calcul et expression des résultats</b> .....	4
11 <b>Fidélité</b> .....	5
11.1 <b>Essai interlaboratoires</b> .....	5
11.2 <b>Répétabilité</b> .....	5
11.3 <b>Reproductibilité</b> .....	5
12 <b>Rapport d'essai</b> .....	5
Bibliographie .....	6

iTech STANDARD PREVIEW

(standards.itech.ai)

ISO 8968-4:2001

[https://standards.itech.ai/catalog/standards/sist/d8ccea8d-e383-4a24-a0ba-](https://standards.itech.ai/catalog/standards/sist/d8ccea8d-e383-4a24-a0ba-064831e134c5/iso-8968-4-2001)

[064831e134c5/iso-8968-4-2001](https://standards.itech.ai/catalog/standards/sist/d8ccea8d-e383-4a24-a0ba-064831e134c5/iso-8968-4-2001)

## 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 8968-4 | FIL 20-4 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 8968-4|FIL 20-4 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 8968-4:2001

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d8ccea8d-e383-4a24-a0ba-064f31e134c/iso-8968-4-2001>

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

ISO 8968-4:2001

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d8ccea8d-e383-4a24-a0ba-064ff31e134c/iso-8968-4-2001>

# Lait — Détermination de la teneur en azote —

## Partie 4:

## Détermination de la teneur en azote non protéique

**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 non protéique du lait liquide, entier ou écrémé.

### 2 Références normatives

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

Les documents normatifs suivants contiennent 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 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 8968-1 | FIL 20-1:2001, *Lait — Détermination de la teneur en azote — Partie 1: Méthode Kjeldahl*

ISO 8968-2 | FIL 20-2:2001, *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 partie de l'ISO 8968 | FIL 20, le terme et la définition suivants s'appliquent.

#### 3.1

##### **teneur en azote non protéique**

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

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

### 4 Principe

Précipitation des protéines d'une prise d'essai par addition de solution d'acide trichloroacétique, de sorte que la concentration finale de l'acide trichloroacétique dans le mélange soit d'environ 12 %. Extraction des protéines de

lait précipitées par filtration, le filtrat résiduel contenant les composants d'azote non protéique. Détermination de la teneur en azote du filtrat par le mode opératoire décrit dans la partie 1 ou dans la partie 2 de l'ISO 8968 | FIL 20.

NOTE Lorsque la teneur totale en azote de l'échantillon de lait a été déterminée préalablement, il est possible de calculer la teneur en azote protéique vraie comme étant la différence entre la teneur totale en azote et la teneur en azote non protéique.

## 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.

Les réactifs à utiliser sont ceux spécifiés pour le dosage de l'azote total selon la méthode décrite dans la partie 1 ou dans la partie 2 de l'ISO 8968 | FIL 20, et les réactifs énumérés ci-après. Les laboratoires ont le libre choix d'utiliser l'une ou l'autre de ces méthodes.

### 5.1 Solution d'acide trichloroacétique (CCl<sub>3</sub>COOH).

Dans une fiole jaugée de 100 ml, dissoudre 15,0 g d'acide trichloroacétique dans de l'eau et diluer jusqu'au repère. Ne pas utiliser de concentrations d'acide trichloroacétique et de volumes de solutions différents de ceux spécifiés.

Les performances de la méthode en ce qui concerne la valeur moyenne et les caractéristiques de performances interlaboratoires seront différentes en cas d'utilisation d'autres concentrations d'acide trichloroacétique ou d'autres volumes de solutions.

### 5.2 Solution volumétrique standard d'acide chlorhydrique, $c(\text{HCl}) = (0,01 \pm 0,000 1) \text{ mol/l}$ .

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 0,01 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.

## 6 Appareillage

Matériel courant de laboratoire et, en particulier, le matériel suivant, ainsi que, selon la méthode utilisée, le matériel spécifié soit dans la partie 1 soit dans la partie 2 de l'ISO 8968 | FIL 20.

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

**6.2 Fioles coniques**, d'une capacité de 125 ml.

**6.3 Pipettes**, d'une capacité de 10 ml et 20 ml.

**6.4 Entonnoir de filtration**, en verre, de 75 mm de diamètre.

**6.5 Papier-filtre**, exempt d'azote, de 15 cm de diamètre, par exemple Whatman n° 1<sup>1)</sup> ou équivalent.

**6.6 Bêcher**, d'une capacité de 50 ml.

---

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 partie de l'ISO 8968 | FIL 20 et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif du produit ainsi désigné.

## 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.

## 8 Préparation de l'échantillon pour essai

Chauffer l'échantillon pour essai dans le bain d'eau (6.1) réglé à 38 °C. Bien mélanger, mais délicatement, au moyen de retournements répétés du récipient, sans causer ni mousse ni barattage. Laisser refroidir l'échantillon à température ambiante immédiatement avant de peser la prise d'essai (9.1).

## 9 Mode opératoire

### 9.1 Prise d'essai

Pipetter environ 10,0 ml  $\pm$  0,1 ml de l'échantillon pour essai préparé (article 8) dans une fiole conique (6.2), préalablement pesée à 0,1 mg près, puis repeser à 0,1 mg près.

NOTE Si l'on souhaite appliquer cette méthode à des produits laitiers autres que le lait, voir l'annexe A de l'ISO 8968-1 | FIL 20-1:2001 pour des recommandations sur la taille de la prise d'essai.

### 9.2 Détermination

#### 9.2.1 Précipitation et filtration

ISO 8968-4:2001

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d8ccea8d-e383-4a24-a0ba-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d8ccea8d-e383-4a24-a0ba-064f31e134c/iso-8968-4-2001)

[064f31e134c/iso-8968-4-2001](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d8ccea8d-e383-4a24-a0ba-064f31e134c/iso-8968-4-2001)

Ajouter 40 ml  $\pm$  0,5 ml de solution d'acide trichloroacétique (5.1) à la fiole conique contenant la prise d'essai (9.1) et peser la fiole et son contenu à 0,1 mg près. Agiter par un mouvement de rotation pour mélanger. Laisser reposer la fiole pendant 5 min environ pour permettre au précipité de se déposer.

Filter le contenu de la fiole conique au travers d'un papier-filtre (6.5) placé dans un entonnoir de filtration (6.4). Recueillir tout le filtrat dans une fiole conique propre et sèche (6.2). Le filtrat doit être transparent et exempt de particules de matière. Si ce n'est pas le cas, répéter les opérations de précipitation et de filtration avec une nouvelle prise d'essai.

S'il faut effectuer des essais répétés du même échantillon pour essai, deux opérations distinctes de précipitation et de filtration doivent être effectuées avec chaque échantillon pour essai.

#### 9.2.2 Préparation du filtrat

Agiter le filtrat dans la fiole conique (9.2.1) pour s'assurer qu'il est mélangé, puis pipetter 20 ml de ce filtrat dans un bécher de 50 ml (6.6) et peser. Verser le filtrat du bécher dans un ballon de Kjeldahl ou un tube de minéralisation contenant un corps facilitant l'ébullition, du sulfate de potassium et de la solution de sulfate de cuivre(II) selon les spécifications respectivement de la partie 1 ou de la partie 2 de l'ISO 8968 | FIL 20. Repeser immédiatement le bécher vide à 0,1 mg près.

Les laboratoires ont le libre choix d'utiliser l'une ou l'autre des méthodes décrites, respectivement, dans la partie 1 ou dans la partie 2 de l'ISO 8968 | FIL 20.