

NORME
INTERNATIONALE

ISO
8968-5

FIL
20-5

Première édition
2001-12-15

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

**Partie 5:
Détermination de la teneur en azote
protéique**

iTeh STANDARD PREVIEW

Milk — Determination of nitrogen content —

Part 5: Determination of protein-nitrogen content

ISO 8968-5:2001

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f682c597-17ae-420c-919c-8541a49885a7/iso-8968-5-2001>



Numéros de référence
ISO 8968-5:2001(F)
FIL 20-5:2001(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 8968-5:2001](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f682c597-17ae-420c-919c-8541a49885a7/iso-8968-5-2001)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f682c597-17ae-420c-919c-8541a49885a7/iso-8968-5-2001>

© 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
Web 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
Web www.fil-idf.org

Imprimé en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Terme et définition	1
4 Principe	2
5 Réactifs	2
6 Appareillage	2
7 Échantillonnage	2
8 Préparation de l'échantillon pour essai	3
9 Mode opératoire	3
9.1 Prise d'essai	3
9.2 Détermination directe	3
9.3 Détermination indirecte	4
10 Calcul et expression des résultats	4
10.1 Calcul de la teneur en azote protéique	4
10.2 Calcul de la teneur en protéines vraies	5
11 Fidélité	5
11.1 Essai interlaboratoires	5
11.2 Répétabilité	5
11.3 Reproductibilité	5
12 Rapport d'essai	6
Bibliographie	7

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

ISO 8968-5:2001

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f682c597-17ae-420c-919c-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f682c597-17ae-420c-919c-8541a49885a7/iso-8968-5-2001)

[8541a49885a7/iso-8968-5-2001](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f682c597-17ae-420c-919c-8541a49885a7/iso-8968-5-2001)

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 8968-5 | FIL 20-5 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 8968-5|FIL 20-5 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 8968-5:2001

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f682c597-17ae-420c-919c-8541a49885a7/iso-8968-5-2001>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 8968-5:2001

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f682c597-17ae-420c-919c-8541a49885a7/iso-8968-5-2001>

Lait — Détermination de la teneur en azote —

Partie 5:

Détermination de la teneur en azote 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 directe de la teneur en azote protéique du lait liquide, entier ou écrémé.

En alternative, une méthode de détermination indirecte par calcul est également proposée.

2 Références normatives

[ISO 8968-5:2001](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f682c597-17ae-420c-919c-8541a49885a7/iso-8968-5-2001)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f682c597-17ae-420c-919c-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f682c597-17ae-420c-919c-8541a49885a7/iso-8968-5-2001)

[8541a49885a7/iso-8968-5-2001](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f682c597-17ae-420c-919c-8541a49885a7/iso-8968-5-2001)

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)*

ISO 8968-4 | FIL 20-4:2001, *Lait — Détermination de la teneur en azote — Partie 4: Détermination de la teneur en azote non protéique*

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 protéique

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

NOTE La teneur en azote 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 %. Séparation du précipité de protéines par filtration. (Le filtrat contient l'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.

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 (CCl₃COOH).

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.

iTeh STANDARD PREVIEW

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

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

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f682c597-17ae-420c-919c-8541a49885a7/iso-8968-5-2001>

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 **Pipette**, d'une capacité de 5 ml.
- 6.3 **Entonnoir de filtration**, en verre, de 75 mm de diamètre.
- 6.4 **Papier-filtre**, exempt d'azote, de 15 cm de diamètre, par exemple Whatman n° 1¹⁾ ou équivalent.
- 6.5 **Pipette automatique** ou **pipette à piston**, permettant d'obtenir des doses de 10 ml.

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.

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.

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 5,0 ml \pm 0,1 ml de l'échantillon pour essai préparé (article 8) dans un ballon de Kjeldahl ou dans un tube de minéralisation propre et sec, préalablement pesé à 0,1 mg près. Peser l'échantillon à 0,1 mg près. Ajouter immédiatement 5 ml \pm 0,1 ml d'eau au ballon ou au tube et rincer tout résidu d'échantillon restant sur le col en faisant couler l'eau de rinçage au fond du ballon ou du tube.

NOTE 1 L'utilisation d'un ballon de Kjeldahl ou d'un tube de minéralisation est fonction de la méthode choisie par le laboratoire.

NOTE 2 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 directe

(standards.iteh.ai)

9.2.1 Précipitation et filtration

ISO 8968-5:2001

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f682c597-17ae-420c-919c-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f682c597-17ae-420c-919c-6541c498855f/iso-8968-5-2001)

Ajouter 40 ml \pm 0,5 ml de solution d'acide trichloroacétique (5.1) au ballon de Kjeldahl ou au tube de minéralisation contenant la prise d'essai (9.1) et agiter pour mélanger le contenu. Laisser reposer le ballon ou le tube pendant 5 min environ pour permettre au précipité de se déposer. Filtrer le contenu du ballon ou du tube au travers d'un papier-filtre (6.4) placé dans un entonnoir de filtration (6.3). Recueillir le filtrat dans une fiole conique propre. Une partie du précipité restera dans le ballon de Kjeldahl ou dans le tube de minéralisation et une autre partie sera recueillie sur le papier-filtre. Il n'est pas nécessaire de retirer tout le précipité du ballon ou du tube.

Immédiatement après avoir versé le mélange et pour ne pas laisser à une partie du précipité le temps de sécher sur le col du ballon ou du tube, ajouter, à l'aide d'une pipette automatique (6.5), 10 ml de la solution d'acide trichloroacétique (5.1). Utiliser également cette solution pour rincer tout résidu de précipité restant sur le col, en laissant couler le liquide de rinçage au fond du ballon ou du tube. Agiter par un mouvement de rotation pour mélanger le contenu. Verser le contenu ainsi obtenu du ballon ou du tube au travers du même papier-filtre. Ajouter ce filtrat à celui qui a été recueilli auparavant dans la fiole conique. Une nouvelle fois, rincer immédiatement le col du ballon ou du tube avec une nouvelle dose de 10 ml de solution d'acide trichloroacétique et agiter pour mélanger le contenu. Verser pour la troisième fois le contenu du ballon ou du tube au travers du même papier-filtre, en ajoutant le filtrat à celui qui a été recueilli auparavant dans la fiole conique.

Le filtrat obtenu doit être transparent et exempt de particules de matière. À ce stade, le filtrat n'est plus nécessaire et peut être mis au rebut de manière appropriée.

Si l'on doit 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

En portant des gants, retirer doucement le papier-filtre de l'entonnoir de filtration et plier le papier pour enfermer le précipité. S'il subsiste une trace de précipité sur la lèvre intérieure ou extérieure du ballon de Kjeldahl ou du tube