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

Partie 3:
**Méthode de minéralisation en bloc
(Méthode de routine semi-micro rapide)**

iTeh STANDARD PREVIEW —
Milk — Determination of nitrogen content —
Part 3: Block-digestion method (Semi-micro rapid routine method)
(standards.itih.ai)

[ISO 8968-3:2004](https://standards.itih.ai/catalog/standards/sist/996c7729-3a80-4fb5-8ace-567954c65fb0/iso-8968-3-2004)

<https://standards.itih.ai/catalog/standards/sist/996c7729-3a80-4fb5-8ace-567954c65fb0/iso-8968-3-2004>



Numéros de référence
ISO 8968-3:2004(F)
FIL 20-3:2004(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 8968-3:2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/996c7729-3a80-4fb5-8acc-567954c65fb0/iso-8968-3-2004)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/996c7729-3a80-4fb5-8acc-567954c65fb0/iso-8968-3-2004>

© ISO et FIL 2004

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 2005

Publié en Suisse

Sommaire

Page

| | |
|---|----|
| Avant-propos | iv |
| 1 Domaine d'application | 1 |
| 2 Références normatives | 1 |
| 3 Termes et définitions | 1 |
| 4 Principe | 2 |
| 5 Réactifs | 2 |
| 6 Appareillage | 3 |
| 7 Échantillonnage | 4 |
| 8 Préparation de l'échantillon pour essai | 4 |
| 9 Mode opératoire | 4 |
| 9.1 Prise d'essai et prétraitement | 4 |
| 9.2 Détermination | 5 |
| 9.3 Essai à blanc | 6 |
| 9.4 Essais de récupération | 6 |
| 10 Calcul et expression des résultats | 7 |
| 10.1 Calcul de la teneur en azote | 7 |
| 10.2 Calcul de la teneur en protéines totales | 7 |
| 11 Fidélité | 8 |
| 11.1 Essai interlaboratoires | 8 |
| 11.2 Répétabilité | 8 |
| 11.3 Reproductibilité | 8 |
| 12 Rapport d'essai | 8 |
| Annexe A (informative) Résultats de l'essai interlaboratoires | 9 |
| Annexe B (informative) Mode opératoire modifié pour l'analyse des autres produits laitiers | 10 |
| Bibliographie | 11 |

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 8968-3 | FIL 20-3 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 de routine semi-micro rapide)*
- *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.

L'ISO 8968-3|FIL 20-3 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.

Tous les travaux ont été effectués par le groupe de travail ISO/FIL/AOAC, *Composés azotés* du Comité permanent *Principaux composants du lait* sous l'égide de son chef de projet, Madame S. Berman (IL).

Cette édition de l'ISO 8968-3|FIL 20-3 annule et remplace la FIL 20-3:1993, qui a fait l'objet d'une révision technique.

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 de routine semi-micro rapide)*
- *Partie 4: Détermination de la teneur en azote non protéique*
- *Partie 5: Détermination de la teneur en azote protéique*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 8968-3:2004

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/996c7729-3a80-4fb5-8ace-567954c65fb0/iso-8968-3-2004>

Lait — Détermination de la teneur en azote —

Partie 3:

Méthode de minéralisation en bloc (Méthode de routine semi-micro rapide)

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 n'a pas pour but d'aborder tous les risques liés à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur de la présente norme d'établir, avant de l'utiliser, des pratiques appropriées d'hygiène et de sécurité et de déterminer l'applicabilité des restrictions réglementaires locales.

1 Domaine d'application

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

Elle concerne une méthode de routine semi-micro rapide, fondée sur le principe de la minéralisation en bloc.

NOTE Cette méthode est plus rapide que celle décrite dans l'ISO 8968-1|FIL 20-1 et l'ISO 8968-2|FIL 20-2, car elle réduit le temps de minéralisation en utilisant une prise d'essai de masse inférieure ainsi que du peroxyde d'hydrogène, de l'acide sulfurique et un catalyseur pour la minéralisation.

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 385-1¹⁾, *Verrerie de laboratoire — Burettes*

3 Termes et définitions

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

3.1

teneur en azote

fraction massique d'azote déterminée suivant le mode opératoire décrit dans la présente partie de l'ISO 8968|FIL 20.

NOTE La teneur en azote est exprimée en pourcentage par masse.

1) À publier. (Révision de l'ISO 385-1:1984, de l'ISO 385-2:1984 et de l'ISO 385-3:1984)

4 Principe

Minéralisation d'une prise d'essai grâce à un appareil de minéralisation en bloc ou équivalent, avec un mélange d'acide sulfurique concentré, de peroxyde d'hydrogène et de sulfate de potassium. Utilisation d'un catalyseur pour convertir l'azote organique présent en sulfate d'ammonium. Addition d'hydroxyde de sodium en excès au minéralisat refroidi pour libérer de l'ammoniac.

Distillation de l'ammoniac libéré à l'aide d'un appareil manuel, semi-automatique ou automatique de distillation à la vapeur. Dans le cas d'un appareil manuel ou semi-automatique, distillation de l'ammoniac dans une solution d'acide borique en excès, suivie d'un titrage à l'aide d'une solution d'acide chlorhydrique. Dans le cas d'un appareil totalement automatique, titrage automatique de l'ammoniac avec une détection en point final à l'aide d'un système photométrique ou d'un pH-mètre. Calcul de la teneur en azote de l'échantillon en fonction de la quantité d'ammoniac produite.

5 Réactifs

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

5.1 Tablettes de catalyseur Kjeldahl

Ces tablettes sont disponibles dans le commerce prêtes à l'emploi. Des tablettes contenant chacune 3,5 g de sulfate de potassium, 0,105 g de sulfate de cuivre(II) pentahydraté et 0,105 g de dioxyde de titane conviennent.

Il est possible d'utiliser d'autres types de tablettes, à condition que ces dernières

- contiennent une quantité de sulfate de potassium telle qu'il soit possible d'avoir 7 g de sulfate de potassium en utilisant un nombre entier de tablettes et
- ne contiennent pas de sels de métaux toxiques tels que le sélénium ou le mercure.

5.2 Acide sulfurique (H_2SO_4), avec une fraction massique comprise entre 95 % et 98 %, sans azote [ρ_{20} (H_2SO_4) = environ 1,84 g/ml].

5.3 Solution de peroxyde d'hydrogène (H_2O_2), d'environ 30 g de H_2O_2 pour 100 ml.

5.4 Agent antimousse

Il est recommandé d'utiliser une préparation à base de silicone, avec une fraction massique de 30 % en émulsion aqueuse.

5.5 Solution d'hydroxyde de sodium (NaOH), exempte d'azote, contenant environ 40 g de NaOH par 100 ml.

5.6 Solution d'acide borique

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

Dissoudre 40,0 g d'acide borique dans 1 l d'eau chaude, dans une fiole jaugée à un trait de 1 000 ml. Laisser refroidir la fiole et son contenu à 20 °C. Ajouter 3 ml de solution indicatrice (5.7.1). Compléter au trait de jauge avec de l'eau et bien mélanger.

Conserver la solution, qui doit être de couleur orange clair, dans une bouteille en verre borosilicaté. Protéger la solution de la lumière et des sources de vapeurs d'ammoniac lors du stockage.

5.6.2 Solution d'acide borique, $c(H_3BO_3) = 10,0$ g/l, à utiliser lors d'un titrage en point final par photométrie.

Dissoudre 10,0 g d'acide borique dans 1 l d'eau chaude, dans une fiole jaugée à un trait de 1 000 ml. Laisser refroidir la fiole et son contenu à 20 °C. Ajouter 7 ml de rouge de méthyle (5.7.2) et 10 ml de solution de vert de bromocrésol (5.7.2) et mélanger.

Compléter à 1 000 ml avec de l'eau et bien mélanger. Neutraliser la solution d'acide borique avec 0,1 mol/l de NaOH jusqu'à virage au vert.

NOTE L'ajout de 3 ml de soude 0,1 mol/l dans 1 l d'acide borique à 1 % permet généralement d'obtenir un bon ajustement.

5.7 Solutions indicatrices

5.7.1 Solution indicatrice, à utiliser pour le titrage pH en point final

Dissoudre 0,1 g de rouge de méthyle dans un volume d'éthanol à 95 % (fraction volumique). Ajuster à 50 ml avec de l'éthanol. Dissoudre 0,5 g de vert de bromocrésol dans une petite quantité d'éthanol à 95 % (fraction volumique). Ajuster à 250 ml avec de l'éthanol.

Mélanger un volume de la solution de rouge de méthyle à cinq volumes de vert de bromocrésol ou combiner les deux solutions et bien les mélanger.

5.7.2 Solution indicatrice, à utiliser pour le titrage photométrique en point final avec la solution d'acide borique (5.6.2)

- Dissoudre 0,1 g de vert de bromocrésol dans 100 ml d'éthanol à 95 % (fraction volumique).
- Dissoudre 0,1 g de rouge de méthyle dans 100 ml d'éthanol à 95 % (fraction volumique).

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

Si le titrage (9.2.3) est effectué manuellement, il est recommandé d'utiliser une solution titrée d'acide chlorhydrique plus diluée, $c(\text{HCl}) = (0,05 \pm 0,000 5)$ mol/l.

5.9 Sulfate d'ammonium $[(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4]$, essai ayant une pureté minimale de 99,9 % (fraction massique) sur la matière sèche.

Immédiatement avant l'emploi, sécher le sulfate d'ammonium à (102 ± 2) °C pendant au moins 2 h. Laisser refroidir à température ambiante dans un dessiccateur.

5.10 Tryptophane ($\text{C}_{11}\text{H}_{12}\text{N}_2\text{O}_2$) ou hydrochlorure de lysine ($\text{C}_6\text{H}_{15}\text{ClN}_2\text{O}_2$), essai ayant une pureté minimale de 99 % (fraction massique).

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

5.11 Saccharose, avec une teneur en azote ne dépassant pas 0,002 % (fraction massique).

Ne pas sécher les réactifs à l'étuve avant utilisation.

6 Appareillage

Utiliser le matériel courant de laboratoire et, en particulier, le matériel suivant.

6.1 Bain d'eau, permettant de maintenir une température comprise entre 38 °C et 40 °C.

6.2 Balance analytique, permettant de peser à 1 mg près, avec un affichage à 0,1 mg.

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