

NORME
INTERNATIONALE

ISO
5537

FIL
26

Première édition
2004-06-01

**Lait sec — Détermination du taux
d'humidité (Méthode de référence)**

Dried milk — Determination of moisture content (Reference method)

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 5537:2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5b8ef272-3145-4293-b366-79294525af71/iso-5537-2004)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5b8ef272-3145-4293-b366-79294525af71/iso-5537-2004>



Numéros de référence
ISO 5537:2004(F)
FIL 26:2004(F)

© ISO et FIL 2004

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 5537:2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5b8ef272-3145-4293-b366-79294525af71/iso-5537-2004)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5b8ef272-3145-4293-b366-79294525af71/iso-5537-2004>

© 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

Publié en Suisse

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 5537|FIL 26 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.

[ISO 5537:2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5b8ef272-3145-4293-b366-79294525af71/iso-5537-2004)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5b8ef272-3145-4293-b366-79294525af71/iso-5537-2004>

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 5537|FIL 26 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, *Eau*, du Comité permanent chargé des *Principaux composants du lait*, sous la conduite de ses chefs de projet, M. G.J. Beutick (NL) et M. R.J. de Knecht (NL).

Cette première édition de l'ISO 5537|FIL 26 annule et remplace la FIL 26A:1993, dont elle constitue une révision technique.

ITEH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 5537:2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5b8ef272-3145-4293-b366-79294525af71/iso-5537-2004)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5b8ef272-3145-4293-b366-79294525af71/iso-5537-2004>

Lait sec — Détermination du taux d'humidité (Méthode de référence)

AVERTISSEMENT — L'utilisation de la présente Norme internationale peut impliquer l'intervention de produits, d'opérations et d'appareillages à caractère dangereux. La présente Norme internationale n'a pas pour but d'aborder tous les problèmes de sécurité liés à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur de la présente Norme internationale d'établir, avant de l'utiliser, des pratiques d'hygiène et de sécurité et de déterminer l'applicabilité des restrictions réglementaires.

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode pour la détermination du taux d'humidité de tous les types de lait sec.

2 Termes et définitions

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

2.1

taux d'humidité

fraction massique de substances, déterminée selon le mode opératoire spécifié dans la présente Norme internationale

NOTE Le taux d'humidité est exprimé en pourcentage en masse.

3 Principe

Séchage d'une prise d'essai dans une étuve à 87 °C pendant 5 h et passage d'air sec à travers la prise d'essai. Détermination de la perte de masse de la prise d'essai non liée chimiquement au taux d'humidité.

4 Appareillage

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

4.1 Balance analytique, capable de peser à 1 mg près, avec une précision de lecture de 0,1 mg.

4.2 Étuve, pouvant être maintenue à (87 ± 1) °C dans tout l'espace de travail, munie d'une ventilation forcée et d'un thermostat et comportant l'équipement suivant (voir également Figure A.1).

4.2.1 Bloc métallique, comportant des canaux de 4,3 mm de diamètre pour maintenir les colonnes (4.4) dans l'étuve.

4.2.2 Tubes en cuivre, d'une longueur de 1 500 mm et d'un diamètre intérieur de 2 mm, reliés au bloc métallique à l'intérieur de l'étuve.

4.2.3 Régulateur à pression constante, muni de restricteurs, pouvant assurer un débit d'air sec de 33 ml/min à chaque colonne dans l'étuve.

4.2.4 Tube, en polycarbonate, de 350 mm de longueur et de 40 mm de diamètre, rempli de gel de silice, avec indicateur hygrométrique.

Il convient que le gel de silice ait été déshydraté à 150 °C pendant plus de 12 h avant d'être utilisé. En utilisant de l'air comprimé sec (4.11), il convient de ne noter aucun virage de l'indicateur hygrométrique.

4.3 Dessiccateur, garni de gel de silice venant d'être déshydraté, avec indicateur hygrométrique.

4.4 Colonnes, en polypropylène dur (Phenomenex 1213-10211)¹⁾, de 90 mm de longueur et de 20 mm de diamètre intérieur, munies de deux filtres en polyéthylène (Phenomenex 1212-1023)¹⁾, plus étroites à une extrémité pour s'adapter sur le bloc (4.2.1).

4.5 Bouchons synthétiques, en polyéthylène souple (Emergo 20273 B198 et 20371 U1)¹⁾.

4.6 Récipient, pouvant contenir les colonnes (4.4).

4.7 Récipient, pouvant contenir les bouchons synthétiques (4.5).

4.8 Baguette, en chlorure de polyvinyle (PVC), de 120 mm de longueur et de 18 mm de diamètre, permettant de placer les filtres en polyéthylène dans la colonne (4.4).

4.9 Pincettes, permettant de retirer les filtres en polyéthylène de la colonne (4.4).

4.10 Débitmètre à film de savon, permettant de mesurer un débit de 33 ml/min.

4.11 Air comprimé sec, pression minimale de 200 kPa, taux d'humidité $\leq 0,01$ mg de H₂O par litre à la pression atmosphérique, exempt de matières organiques. Utiliser des tubes métalliques uniquement pour relier la source d'air comprimé à l'équipement de l'étuve (4.2).

4.12 Flacon, en verre, muni d'un couvercle hermétique

NOTE L'appareillage mentionné en 4.2 et les éléments indiqués de 4.4 à 4.8 sont disponibles dans le commerce (par exemple chez Elbanton et chez Funke Gerber)²⁾.

5 Échantillonnage

Il est important que le laboratoire reçoive un échantillon réellement représentatif et n'ayant subi aucun dommage ni aucune altération au cours du transport ou du 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.

1) Phenomenex et Emergo sont des exemples de produits appropriés disponibles dans le commerce.

2) Elbanton et Funke Gerber sont les appellations commerciales de produits distribués, respectivement, par Elbanton b.v., Uitingstraat 18, 5331 EJ Kerkdriel (Pays-Bas) et Funke-Dr. N. Gerber Labortechnik GmbH, Ringstrasse 42, 12105 Berlin (Allemagne).

L'information fournie dans les notes de pied de page 1) et 2) est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente Norme internationale et ne signifie nullement que l'ISO ou la FIL approuvent ou recommandent l'emploi exclusif des produits ainsi désignés. Des produits équivalents peuvent être utilisés s'il est démontré qu'ils conduisent aux mêmes résultats.

6 Préparation de l'échantillon pour essai

Transférer la totalité de l'échantillon pour essai dans un flacon sec et bouché de façon hermétique (4.12), d'un volume environ double de celui de l'échantillon. Bien mélanger par rotation et agitation du flacon.

S'il est évident que l'échantillon n'est pas homogène, même après avoir bien mélangé comme indiqué ci-dessus, utiliser un plan d'échantillonnage statistique.

7 Mode opératoire

7.1 Préparation de la colonne

7.1.1 Régler le régulateur à pression constante sur environ 100 kPa. Mesurer, à l'aide d'un débitmètre à film de savon (4.10), le débit d'air de chaque canal. Calculer le débit moyen par colonne. Si nécessaire, ajuster la pression pour obtenir un débit moyen de 33 ml/min par canal.

7.1.2 Retirer les deux bouchons synthétiques de la colonne (4.4). Placer les bouchons dans le récipient (4.7) et les y maintenir à température ambiante.

7.1.3 Installer la colonne, munie des filtres dans la position représentée à la Figure A.1, dans le bloc métallique (4.2.1) placé dans l'étuve (4.2) réglée à 87 °C, et l'y maintenir pendant au moins 1 h.

En positionnant la colonne, exercer une légère pression pour créer un raccordement étanche à l'air.

7.1.4 Retirer la colonne de l'étuve et la refermer avec les bouchons synthétiques (voir 7.1.2). Placer la colonne fermée dans le récipient (4.6) avec les autres colonnes préparées. Placer le récipient contenant les colonnes fermées dans le dessiccateur (4.3). Fermer le dessiccateur et le laisser refroidir pendant (60 ± 5) min.

[ISO 5537:2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5b8ef272-3145-4293-b366-79294525af71/iso-5537-2004)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5b8ef272-3145-4293-b366-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5b8ef272-3145-4293-b366-79294525af71/iso-5537-2004)

7.2 Préparation de la prise d'essai

7.2.1 Après refroidissement (voir 7.1.4), retirer les colonnes fermées une par une du récipient, tout en laissant ce dernier dans le dessiccateur. Fermer le dessiccateur immédiatement après avoir sorti une colonne. Peser, à 1 mg près, la colonne fermée et enregistrer la masse avec quatre décimales.

7.2.2 Retirer les bouchons synthétiques de la colonne préalablement pesée (voir 7.2.1). Utiliser des pincettes (4.9) afin de retirer également le filtre supérieur de la colonne. Conserver les bouchons et le filtre à un endroit sec dans la salle de pesée.

7.2.3 Ajouter dans la colonne (5,0 ± 0,3) g d'échantillon pour essai (Article 6) préparé. Utiliser la baguette (4.8) pour remettre le filtre supérieur en position dans la colonne. À l'aide d'un chiffon propre, éliminer toute trace de lait sec se trouvant au-dessus du filtre. Fermer la colonne avec les deux bouchons synthétiques (voir 7.2.2).

7.2.4 Peser immédiatement, à 1 mg près, la colonne fermée et enregistrer le poids avec quatre décimales. Ouvrir le dessiccateur, remettre la colonne fermée dans le récipient, puis refermer le dessiccateur.

7.2.5 Lorsque l'analyse porte sur plusieurs échantillons pour essai, préparer toutes les prises d'essai en répétant le mode opératoire décrit de 7.2.1 à 7.2.4 pour chaque prise d'essai distincte. Manipuler une seule colonne à la fois.

7.3 Détermination

7.3.1 Ouvrir le dessiccateur et en sortir une colonne fermée à la fois, contenant la prise d'essai préparée (voir 7.2.4) pour la détermination. Retirer les deux bouchons synthétiques de chaque colonne et les placer dans le récipient (4.7). Conserver les bouchons à température ambiante.

7.3.2 Placer chaque colonne et son contenu dans le bloc métallique (4.2.1) se trouvant dans l'étuve (4.2). À l'issue de cette opération, fermer l'étuve. Procéder au séchage des colonnes et de leur contenu pendant 5 h dans l'étuve réglée à 87 °C.

7.3.3 Après séchage, retirer chaque colonne du bloc métallique. Remettre les deux bouchons synthétiques, ouvrir le dessiccateur et remettre la colonne séchée et son contenu dans le récipient (4.6). Une fois la dernière colonne placée dans le récipient, fermer immédiatement le dessiccateur et laisser l'ensemble refroidir pendant (60 ± 5) min.

7.3.4 Après refroidissement (voir 7.3.3), ouvrir le dessiccateur et, s'il y a plusieurs échantillons pour essai, retirer les colonnes fermées une par une du récipient, en laissant ce dernier dans le dessiccateur. Refermer le dessiccateur immédiatement après avoir sorti une colonne. Peser, à 1 mg près, la colonne fermée et enregistrer la masse avec quatre décimales.

8 Calcul et expression des résultats

8.1 Calcul

Calculer le taux d'humidité de l'échantillon, w , exprimé en pourcentage en masse, à l'aide de l'équation suivante:

$$w = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \times 100 \%$$

où

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

m_0 est la valeur numérique, en grammes, de la masse de la colonne, des filtres et des bouchons (voir 7.2.1);

m_1 est la valeur numérique, en grammes, de la masse de la prise d'essai, de la colonne, des filtres et des bouchons avant séchage (voir 7.2.4);

m_2 est la valeur numérique, en grammes, de la masse de la prise d'essai, de la colonne, des filtres et des bouchons après séchage (voir 7.3.4).

8.2 Expression des résultats

Exprimer les résultats d'essai à deux décimales.

9 Fidélité

9.1 Essai interlaboratoires

Les détails d'un essai interlaboratoires relatifs à la précision de la méthode sont résumés dans l'Annexe B. Les valeurs dérivées de cet essai interlaboratoires peuvent ne pas être applicables aux plages de concentrations et aux matrices autres que celles données.

9.2 Répétabilité

La différence absolue entre deux résultats d'essai individuels indépendants, obtenus à l'aide de la même méthode sur un matériau identique soumis à l'essai dans le même laboratoire par le même opérateur utilisant le même appareillage dans un court intervalle de temps, n'excédera 0,15 % que dans 5 % des cas au plus.

9.3 Reproductibilité

La différence absolue entre deux résultats d'essai individuels, obtenus à l'aide de la même méthode sur un matériau identique soumis à l'essai dans des laboratoires différents par des opérateurs différents utilisant des appareillages différents, n'excédera 0,20 % que dans 5 % des cas au plus.

10 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit indiquer:

- a) tous les renseignements nécessaires à l'identification complète de l'échantillon;
- b) la méthode d'échantillonnage utilisée, si elle est connue;
- c) la méthode d'essai utilisée, avec référence à la présente Norme internationale;
- d) tous les détails opératoires non prévus dans la présente Norme internationale, ou considérés comme facultatifs, ainsi que les détails sur tout incident éventuel susceptible d'avoir agi sur le(s) résultat(s) d'essai;
- e) le(s) résultat(s) d'essai obtenu(s), ou, si la répétabilité a été vérifiée, le résultat final obtenu.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 5537:2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5b8ef272-3145-4293-b366-79294525af71/iso-5537-2004)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5b8ef272-3145-4293-b366-79294525af71/iso-5537-2004>