
**Fromages et fromages fondus —
Détermination de la teneur totale en
matière sèche (Méthode de référence)**

*Cheese and processed cheese — Determination of the total solids
content (Reference method)*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 5534:2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d7b6179a-3f8c-4dfb-bc9d-eb1d4d59349b/iso-5534-2004)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d7b6179a-3f8c-4dfb-bc9d-
eb1d4d59349b/iso-5534-2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d7b6179a-3f8c-4dfb-bc9d-eb1d4d59349b/iso-5534-2004)



Numéros de référence
ISO 5534:2004(F)
FIL 4:2004(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 5534:2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d7b6179a-3f8c-4dfb-bc9d-eb1d4d59349b/iso-5534-2004)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d7b6179a-3f8c-4dfb-bc9d-
eb1d4d59349b/iso-5534-2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d7b6179a-3f8c-4dfb-bc9d-eb1d4d59349b/iso-5534-2004)

© 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 5534 | FIL 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.

Cette édition de l'ISO 5534 | FIL 4 annule et remplace la première édition de l'ISO 5534:1985, dont elle constitue une révision technique.

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 5534 | FIL 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, *Eau*, du Comité permanent chargé des *Principaux composants du lait*, sous la conduite de son chef de projet, Monsieur G.J. Beutick (NL).

Cette édition de l'ISO 5534 | FIL 4 annule et remplace la première édition de la norme FIL 4A:1982, dont elle constitue une révision technique.

ITeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 5534:2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d7b6179a-3f8c-4dfb-bc9d-eb1d4d59349b/iso-5534-2004)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d7b6179a-3f8c-4dfb-bc9d-eb1d4d59349b/iso-5534-2004>

Fromages et fromages fondus — Détermination de la teneur totale en matière sèche (Méthode de référence)

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie la méthode de référence pour la détermination de la teneur totale en matière sèche des fromages et des fromages fondus.

NOTE Cette méthode peut ne pas s'appliquer aux préparations à base de fromage fondu telles que définies dans la norme A-8 du Code de principes FAO/OMS.

2 Termes et définitions

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

2.1

teneur totale en matière sèche du fromage

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

NOTE La teneur totale en matière sèche est exprimée en pourcentage de la masse (fraction massique).

3 Principe

Séchage d'une prise d'essai pesée et mélangée avec du sable par chauffage dans une étuve réglée à 102 °C. Pesée de la prise d'essai séchée afin de déterminer la perte de masse.

4 Réactifs

Sauf spécification contraire, utiliser exclusivement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau distillée ou déminéralisée ou de l'eau de pureté au moins équivalente.

4.1 Solution d'acide chlorhydrique (HCl), avec une fraction massique de 25 %.

4.2 Sable de quartz ou **sable de mer**.

4.2.1 Le sable doit présenter une granulométrie lui permettant de passer au travers d'un tamis en toile métallique dont la maille est de 600 µm tout en étant retenu par un tamis dont la maille est de 150 µm.

Le sable doit satisfaire aux exigences de l'essai d'acceptation spécifié en 4.2.2.

4.2.2 Déposer environ 20 g de sable dans une capsule à fond plat (5.4) munie d'une baguette d'agitation (5.5). Chauffer la capsule ouverte contenant le sable ainsi que son couvercle et la baguette d'agitation dans l'étuve (5.3) réglée à 102 °C pendant au moins 2 h. Remettre le couvercle sur la capsule et laisser cette dernière refroidir dans le dessiccateur (5.2) jusqu'à la température de la salle de pesée. Peser la capsule avec son couvercle en place à 1 mg près et enregistrer la masse avec quatre décimales.

Enlever le couvercle de la capsule et humidifier le sable avec environ 5 ml d'eau. Mélanger l'eau au sable à l'aide de la baguette d'agitation. Chauffer la capsule ouverte, son couvercle et la baguette d'agitation dans l'étuve (5.3) réglée à 102 °C pendant au moins 4 h. Remettre le couvercle sur la capsule et la laisser refroidir dans le dessiccateur (5.2) jusqu'à la température de la salle de pesée. Peser la capsule avec son couvercle en place à 1 mg près et enregistrer la masse avec quatre décimales. L'écart entre les deux pesées ne doit pas dépasser 1,0 mg.

4.2.3 Si cette exigence n'est pas satisfaite, traiter le sable de la manière suivante.

Immerger le sable dans une solution d'acide chlorhydrique (4.1) et l'y laisser pendant trois jours, en remuant de temps à autre. Décanter autant que faire se peut le liquide surnageant. Laver le sable à l'eau jusqu'à disparition de la réaction acide du liquide surnageant. Chauffer le sable à environ 160 °C pendant au moins 4 h. Renouveler ensuite l'essai d'acceptation décrit en 4.2.2.

5 Appareillage

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

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

5.2 Dessiccateur, rempli d'un déshydratant approprié (par exemple du gel de silice fraîchement séché contenant un indicateur hygrométrique).

En alternative, il est possible d'utiliser une plaque en métal ou en verre convenant à un séchage rapide des capsules. Cette plaque doit être installée dans une armoire fermée au travers de laquelle passe un flux d'air sec.

5.3 Étuve ventilée, à chauffage électrique, munie d'ouïes de ventilation complètement ouvertes, réglable à (102 ± 2) °C et maintenant une température uniforme en tous points de l'espace de travail. L'étuve doit être dotée d'un thermomètre approprié.

5.4 Capsules à fond plat, en matériau adéquat (par exemple acier inoxydable, nickel ou aluminium), de 20 mm à 25 mm de hauteur, de diamètre compris entre 60 mm et 80 mm et dotées de couvercles parfaitement adaptés et faciles à enlever.

5.5 Baguettes d'agitation, en verre ou en métal, avec une extrémité aplatie et d'une longueur suffisante pour que la baguette d'agitation repose contre la paroi interne de la capsule en formant un angle avec celle-ci juste en dessous du bord.

5.6 Appareil pour broyer ou râper, facile à nettoyer et approprié pour la préparation de l'échantillon pour essai.

6 Échantillonnage

Il est important que le laboratoire reçoive un échantillon réellement représentatif, non endommagé ni modifié lors du transport et de l'entreposage.

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.

Conserver les échantillons pour essai à une température comprise entre 0 °C et 20 °C depuis l'échantillonnage jusqu'au début du mode opératoire. La composition des échantillons ne doit pas être affectée au cours de l'entreposage.

7 Préparation de l'échantillon pour essai

Avant l'analyse, enlever la croûte, la morge ou la surface moisie du fromage de manière à obtenir un échantillon représentatif du fromage tel qu'il est habituellement consommé.

Broyer ou râper l'échantillon pour essai en utilisant un appareil pour broyer ou râper approprié (5.6). Mélanger rapidement la masse moulue ou râpée et, si nécessaire pour les fromages à pâte dure ou semi-dure, la broyer une seconde fois et mélanger de nouveau soigneusement. Dans le cas des fromages à pâte dure et à pâte semi-dure, les couper de préférence en cubes d'environ 15 mm de côté. Mélanger les cubes en les secouant dans un récipient. Broyer ou râper l'échantillon pour essai comme indiqué précédemment. Nettoyer l'appareil après la préparation de chaque échantillon.

Si l'échantillon ne peut être ni broyé ni râpé, le mélanger soigneusement par malaxage approfondi, par exemple dans un mortier à l'aide d'un pilon. Prendre garde d'éviter toute perte d'humidité.

Conserver l'échantillon préparé dans un récipient hermétique à l'air jusqu'au moment de l'analyse, laquelle doit être effectuée dans les plus brefs délais après le broyage.

Cependant, si un délai est inévitable, prendre toutes précautions pour assurer une conservation adéquate de l'échantillon. En cas de réfrigération, ramener l'échantillon à température ambiante. Mélanger soigneusement l'échantillon pour pallier le transfert d'humidité dans le fromage qui se produit au cours du refroidissement et du réchauffement. S'assurer que toute condensation à la surface interne du récipient est convenablement et uniformément réincorporée dans l'échantillon pour essai. Ne pas analyser de fromage broyé présentant un développement de moisissure non désiré ou des signes de détérioration.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

8 Mode opératoire

8.1 Essai à blanc

ISO 5534:2004

Parallèlement à la détermination de la prise d'essai (8.3), effectuer un essai à blanc selon le même mode opératoire que pour la préparation de la capsule (8.2) et la détermination (8.3), mais sans la prise d'essai.

8.2 Préparation de la capsule

8.2.1 Chauffer la capsule ouverte (5.4) contenant environ 20 g de sable (4.2) ainsi que son couvercle et la baguette d'agitation (5.5) dans l'étuve (5.3) réglée à 102 °C. Laisser le contenu de la capsule atteindre 102 °C, puis sécher le contenu pendant au moins 1 h.

La période de séchage indiquée en 8.2.1, 8.3.3 et 8.3.6 commence lorsque le contenu de la capsule atteint la température de 102 °C. Le temps nécessaire pour atteindre cette température dépend de la puissance, de la fréquence de ventilation et de la taille de l'étuve. Cette durée de montée en température est également fonction du nombre de capsules placées dans l'étuve, de leur masse et du matériau les constituant. Il convient que cette durée de montée en température soit déterminée expérimentalement.

8.2.2 Remettre le couvercle sur la capsule et la mettre immédiatement dans le dessiccateur (5.2). Laisser refroidir la capsule jusqu'à température ambiante dans le dessiccateur. Une fois la capsule refroidie, la sortir du dessiccateur et la peser avec son couvercle et la baguette d'agitation à 1 mg près et enregistrer la masse avec quatre décimales.

La période de refroidissement indiquée en 8.2.2, 8.3.4 et 8.3.5 dépend de la capacité de refroidissement du dessiccateur mais aussi du nombre de capsules placées dans le dessiccateur, de leur masse et du matériau les constituant. Il convient que cette période de refroidissement soit déterminée expérimentalement.

8.3 Détermination

8.3.1 Pencher la capsule pour faire glisser le sable d'un côté de celle-ci. Placer environ 3,0 g d'échantillon pour essai (Article 7) sur une surface de la capsule exempte de sable, peser la capsule ainsi que son couvercle et la baguette d'agitation à 1 mg près et enregistrer la masse avec quatre décimales.

8.3.2 Mélanger soigneusement la prise d'essai et le sable et répartir le mélange de manière homogène sur le fond de la capsule. Laisser l'extrémité aplatie de la baguette d'agitation dans le mélange, l'autre extrémité s'appuyant sur la paroi de la capsule.

NOTE Il peut être plus facile de mélanger le sable à des fromages à pâte dure en ajoutant environ 3 ml d'eau afin de saturer le sable.

8.3.3 Chauffer la capsule, avec son couvercle placé à côté d'elle, dans l'étuve (5.3) réglée à 102 °C. Laisser le contenu de la capsule atteindre 102 °C, puis sécher le contenu pendant au moins 3 h.

8.3.4 Remettre le couvercle sur la capsule. Laisser celle-ci refroidir dans le dessiccateur (5.2) jusqu'à température ambiante. Peser la capsule avec son couvercle à 1 mg près et enregistrer la masse avec quatre décimales.

8.3.5 Chauffer de nouveau la capsule avec son couvercle comme indiqué en 8.3.3, mais pendant 1 h au lieu de 3 h. Remettre le couvercle sur la capsule et la laisser refroidir jusqu'à la température ambiante dans le dessiccateur (5.2). Peser de nouveau la capsule avec son couvercle à 1 mg près et enregistrer la masse avec quatre décimales.

8.3.6 Renouveler le mode opératoire décrit en 8.3.5 jusqu'à observer, entre deux pesées successives, une diminution de masse inférieure ou égale à 2,0 mg ou une augmentation de masse. Enregistrer la masse minimale de la capsule.

ITeC STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 5534:2004
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d7b6179a-3f8c-4dfb-bc9d-eb1d4d59349b/iso-5534-2004>

9 Calcul et expression des résultats

9.1 Calcul

Calculer la teneur totale en matière sèche de l'échantillon pour essai, w_t , exprimée en pourcentage de la masse, à l'aide de l'équation suivante:

$$w_t = \frac{(m_2 - m_0) - (m_3 - m_4)}{m_1 - m_0} \times 100 \%$$

où

- m_0 est la masse, en grammes, de la capsule préparée (8.2.2);
- m_1 est la masse, en grammes, de la prise d'essai et de la capsule avant dessiccation (8.3.1);
- m_2 est la masse, en grammes, de la prise d'essai et de la capsule après dessiccation (8.3.6);
- m_3 est la masse, en grammes, de la capsule utilisée pour l'essai à blanc (8.1), pour le même temps de dessiccation (8.3.6) que m_2 ;
- m_4 est la masse, en grammes, de la capsule préparée (8.2.2) utilisée pour l'essai à blanc (8.1).

9.2 Expression des résultats

Exprimer les résultats obtenus avec deux décimales.

10 Fidélité

10.1 Essai interlaboratoires

Les détails d'un essai interlaboratoires relatifs à la précision de la méthode sont résumés dans l'Annexe A. Les valeurs dérivées de cet essai interlaboratoires peuvent ne pas être applicables aux plages de concentrations et aux matrices autres que celles données. Pour certains types de fromages, il est possible de trouver des valeurs de répétabilité et de reproductibilité plus élevées dans la pratique.

10.2 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 0,35 % (en masse) que dans 5 % des cas au plus.

10.3 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 0,55 % (en masse) que dans 5 % des cas au plus.

11 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit indiquer:

- ITeh STANDARD PREVIEW**
(standards.iteh.ai)
- a) tous les renseignements nécessaires à l'identification complète de l'échantillon;
[ISO 5534:2004](#)
 - b) la méthode d'échantillonnage utilisée, si elle est connue;
<https://standards.iteh.ai/en/standards/iso/4d7b6179a-3f8c-4dfb-bc9d-eb1d4d59349b/iso-5534-2004>
 - 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.