

---

---

**Lait et produits laitiers — Détermination  
de la teneur en lactose par  
chromatographie liquide haute  
performance (Méthode de référence)**

*Milk and milk products — Determination of lactose content by high-  
performance liquid chromatography (Reference method)*

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

[ISO 22662:2007](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/14d9d44e-40c7-45ba-abd9-37de13844fbc/iso-22662-2007)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/14d9d44e-40c7-45ba-abd9-  
37de13844fbc/iso-22662-2007](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/14d9d44e-40c7-45ba-abd9-37de13844fbc/iso-22662-2007)



Numéros de référence  
ISO 22662:2007(F)  
FIL 198:2007(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 22662:2007](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/14d9d44e-40c7-45ba-abd9-37de13844fbc/iso-22662-2007)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/14d9d44e-40c7-45ba-abd9-37de13844fbc/iso-22662-2007>



**DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT**

© ISO et FIL 2007

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'une ou l'autre des adresses 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](mailto:copyright@iso.org)  
Web [www.iso.org](http://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](mailto:info@fil-idf.org)  
Web [www.fil-idf.org](http://www.fil-idf.org)

Publié en Suisse

## Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
Avant-propos.....	v
1 <b>Domaine d'application</b> .....	1
2 <b>Références normatives</b> .....	1
3 <b>Termes et définitions</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> .....	4
9 <b>Mode opératoire</b> .....	4
9.1 <b>Préparation des solutions étalons</b> .....	4
9.2 <b>Préparation de la prise d'essai</b> .....	4
9.3 <b>Préparation du filtrat</b> .....	5
9.4 <b>Détermination CLHP</b> .....	5
10 <b>Calcul et expression des résultats</b> .....	7
10.1 <b>Calcul</b> .....	7
10.2 <b>Expression des résultats</b> .....	7
11 <b>Fidélité</b> .....	7
11.1 <b>Essai interlaboratoires</b> .....	7
11.2 <b>Répétabilité</b> .....	7
11.3 <b>Reproductibilité</b> .....	8
12 <b>Rapport d'essai</b> .....	8
<b>Annexe A (informative) Résultats des essais interlaboratoires</b> .....	9
<b>Bibliographie</b> .....	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 22662|FIL 198 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). Elle est publiée conjointement par l'ISO et la FIL.

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
(standards.iteh.ai)  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/14d9d44e-40c7-45ba-abd9-37de13844fbc/iso-22662-2007>

## 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 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 de la FIL 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. La FIL ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

L'ISO 22662|FIL 198 a été élaborée par la Fédération internationale de laiterie (FIL) et le comité technique ISO/TC 34, *Produits alimentaires*, sous-comité SC 5, *Lait et produits laitiers*. Elle est publiée conjointement par la FIL et l'ISO.

L'ensemble des travaux a été confié à l'Équipe d'Action mixte ISO-FIL *Détermination du lactose et du lactate* du comité permanent *Principaux composants du lait*, sous la conduite de son chef de projet, Monsieur R. Kouaouci (CA).

(standards.iteh.ai)

[ISO 22662:2007](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/14d9d44e-40c7-45ba-abd9-37de13844fbc/iso-22662-2007)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/14d9d44e-40c7-45ba-abd9-37de13844fbc/iso-22662-2007>

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

ISO 22662:2007

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/14d9d44e-40c7-45ba-abd9-37de13844fbc/iso-22662-2007>

# Lait et produits laitiers — Détermination de la teneur en lactose par chromatographie liquide haute performance (Méthode de référence)

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie la méthode de référence permettant de déterminer la teneur en lactose du lait cru, des laits traités thermiquement, du lait sec ainsi que de la crème crue et pasteurisée.

Cette méthode ne s'applique pas aux laits fermentés, ni aux laits auxquels des oligosaccharides ont été ajoutés.

## 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 648, *Verrerie de laboratoire — Pipettes à un trait* ISO 22662:2007

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/14d9d44e-40c7-45ba-abd9-37d13171d140/iso-22662-2007>

ISO 3696, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai*

## 3 Termes et définitions

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

### 3.1

#### teneur en lactose

fraction massique de substance déterminée selon la méthode spécifiée dans la présente Norme internationale

NOTE La fraction massique peut être exprimée en pourcentage.

## 4 Principe

Un étalon interne [D(+)-mélézitose] est ajouté à un volume pesé de lait et à des étalons de lactose. Un réactif chimique (solution de Biggs-Szijarto) est ajouté pour précipiter les fractions de composants gras et protéiques du lait. L'échantillon est filtré deux fois avant l'injection, d'abord à l'aide d'un filtre en papier, puis à l'aide d'un filtre en nylon de porosité 0,45 µm. Le lactose et l'étalon interne sont séparés par une colonne échangeuse de cations remplie sous forme de plomb et détectés par un réfractomètre différentiel ou tout autre détecteur adapté. De l'eau, de qualité CLHP, est utilisée comme phase mobile.

## 5 Réactifs

Sauf spécification contraire, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue.

### 5.1 Eau de qualité CLHP.

À l'aide de l'unité de filtration du solvant (6.10), filtrer de l'eau conforme aux exigences de l'ISO 3696, Qualité 1, obtenue à partir de l'unité de purification de l'eau (6.9). Pour améliorer la performance de la pompe et pour obtenir une ligne de base stable, dégazer la phase mobile quotidiennement à l'aide de l'une des techniques disponibles comme le barbotage par l'hélium, les ultrasons ou à l'aide d'un système de dégazage à vide ou en ligne.

### 5.2 Solution de D(+)-mélézitose hydrate, $c(\text{C}_{18}\text{H}_{32}\text{O}_{16}, \text{H}_2\text{O}) = 50 \text{ mg/ml}$ .

Dissoudre une quantité équivalente de D(+)-mélézitose hydrate dans de l'eau (5.1) pour obtenir une concentration finale de 50 mg/ml de la forme anhydre.

La solution de D(+)-mélézitose peut être conservée à 4 °C pendant une semaine tout au plus.

### 5.3 $\alpha$ -Lactose monohydrate, $\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11}, \text{H}_2\text{O}$ .

Avant utilisation, sécher l' $\alpha$ -lactose monohydrate à 70 °C pendant 4 h. Le laisser refroidir à température ambiante dans un dessiccateur.

NOTE Après séchage, le lactose demeure sous sa forme monohydrate.

### 5.4 Solution Biggs-Szijarto.

Dans une fiole jaugée à un trait de 200 ml, dissoudre 25 g d'acétate de zinc dihydrate,  $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  et 12,5 g d'acide phosphotungstique monohydrate ( $\text{W}_{12}\text{O}_{36} \cdot \text{H}_3\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ) dans environ 100 ml d'eau de qualité CLHP (5.1).

Ajouter 20 ml d'acide acétique glacial ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ). Compléter à 200 ml avec de l'eau de qualité CLHP (5.1), puis mélanger. Après utilisation, la solution peut être conservée à 4 °C pendant une semaine tout au plus.

**PRÉCAUTIONS DE SÉCURITÉ — Suivre les recommandations du fabricant en matière de santé et de sécurité quant à la conservation et à la manipulation de ces produits chimiques.**

## 6 Appareillage

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

**6.1 Colonne CLHP avec résine échangeuse d'ions**, de 300 mm de long et de 7,8 mm de diamètre interne, avec 8 % de copolymère réticulé, à base de résine échangeuse de cations en polystyrène-divinylbenzène, remplissage de la colonne sous forme plomb.

### 6.2 Colonne de garde.

Pour prolonger la vie de la colonne, remplacer la colonne de garde toutes les 200 injections.

### 6.3 Support de colonne de garde.

**6.4 Four à colonne**, capable de maintenir une température constante de  $85 \text{ °C} \pm 1 \text{ °C}$ .

**6.5 Pompe CLHP**, pouvant assurer un débit compris entre 0 ml/min et 10 ml/min.

### 6.6 Échantillonneur automatique CLHP.



NOTE Une injection manuelle est possible.

**6.7 Réfractomètre différentiel**, à haute sensibilité.

NOTE D'autres détecteurs peuvent être utilisés, par exemple un détecteur à dispersion de la lumière par évaporation.

**6.8 Logiciel**, pouvant automatiser les injections, mais aussi collecter les données, traiter et gérer toutes les informations chromatographiques.

**6.9 Unité de purification de l'eau**, pouvant procurer de l'eau conforme aux exigences du type 1 de l'ISO 3696, dont la résistivité est comprise entre 10 M $\Omega$ -cm et 18 M $\Omega$ -cm.

**6.10 Unité de filtration du solvant**, comprenant une source à vide avec une membrane filtrante de porosité 0,45  $\mu$ m et de 47 mm de diamètre.

**6.11 Balance analytique**, d'une précision de 1 mg et d'une lisibilité de 0,1 mg.

**6.12 Bain-marie**, capable de maintenir une température comprise entre 38 °C et 40 °C.

**6.13 Pipette distributrice précise, pipette automatique précise ou pipettes jaugées à un trait**, conforme aux exigences de l'ISO 648, classe A et d'une capacité de 2 ml.

**6.14 Entonnoir filtrant**, de 75 mm de diamètre.

**6.15 Papier-filtre**, de 110 mm de diamètre, No 1 Whatman<sup>1)</sup> ou équivalent.

**6.16 Filtre à seringue en nylon**, de porosité 0,45  $\mu$ m.

NOTE Un filtre en ligne de même porosité peut être utilisé.

**6.17 Seringue**, type Luer à verrouillage, d'une capacité de 5 ml.

**6.18 Flacons CLHP**, avec bouchons.

**6.19 Fioles jaugées à un trait**, d'une capacité de 10 ml  $\pm$  0,02 ml.

NOTE Des fioles d'une capacité supérieure à 10 ml peuvent aussi être utilisées, à condition de tenir compte du facteur de concentration.

## 7 Échantillonnage

Il convient qu'un échantillon représentatif ait été envoyé au laboratoire et qu'il n'ait pas été détérioré ou modifié pendant le transport ou la conservation.

L'échantillonnage ne fait pas partie de la méthode spécifiée dans la présente Norme internationale. Une méthode d'échantillonnage recommandée est indiquée dans l'ISO 707|FIL 50.

---

1) Whatman est un exemple de produit approprié disponible sur le marché. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente Norme internationale et ne signifie nullement que l'ISO ou la FIL approuve ou recommande l'emploi exclusif du produit ainsi désigné.