

NORME
INTERNATIONALE

ISO
5765-1

FIL
79-1

Première édition
2002-09-01

**Lait sec, mélanges secs pour crèmes
glacées et fromages fondus —
Détermination de la teneur en lactose —**

Partie 1:
Méthode enzymatique par la voie glucose

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)
*Dried milk, dried ice-mixes and processed cheese — Determination of
lactose content —*

Part 1: ISO 5765-1:2002

<https://standards.iteh.ai/standards/iso/5765-1-2002>
Enzymatic method utilizing the glucose moiety of the lactose
e3635e4042f5/iso-5765-1-2002



Numéros de référence
ISO 5765-1:2002(F)
FIL 79-1:2002(F)

© ISO et FIL 2002

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 5765-1:2002](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e9876c87-9ffa-4ee9-8401-e3635e4042f5/iso-5765-1-2002)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e9876c87-9ffa-4ee9-8401-e3635e4042f5/iso-5765-1-2002>

© ISO et FIL 2002

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 2003

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos ISO.....	iv
Avant-propos FIL	v
Introduction	vi
1 Domaine d'application	1
2 Terme et définition	1
3 Principe	1
4 Réactifs	2
5 Appareillage	3
6 Échantillonnage	4
7 Mode opératoire	4
7.1 Essai de vérification	4
7.2 Préparation de l'échantillon pour essai	5
7.3 Prise d'essai	5
7.4 Essai à blanc des réactifs	6
7.5 Défécation	6
7.6 Dosage	6
8 Calcul et expression des résultats	8
8.1 Calcul	8
8.2 Expression des résultats	9
9 Fidélité	9
9.1 Essai interlaboratoires	9
9.2 Répétabilité	9
9.3 Reproductibilité	10
10 Rapport d'essai	10
Annex A (normative) Règles de bonne pratique de laboratoire (BPL) relatives aux analyses enzymatiques	11
Bibliographie	15

Avant-propos ISO

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 5765|FIL 79 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 5765-1|FIL 79-1 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 5765|FIL 79 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Lait sec, mélanges secs pour crèmes glacées et fromages fondus* — *Détermination de la teneur en lactose*:

- *Partie 1: Méthode enzymatique par la voie glucose*
- *Partie 2: Méthode enzymatique par la voie galactose*

L'Annexe A constitue un élément normatif de la présente partie de l'ISO 5765|FIL 79.

Avant-propos FIL

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 5765-1|FIL 79-1 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 5765|FIL 79 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Lait sec, mélanges secs pour crèmes glacées et fromages fondus — Détermination de la teneur en lactose*:

— *Partie 1: Méthode enzymatique par la voie glucose*

— *Partie 2: Méthode enzymatique par la voie galactose*

L'ensemble des travaux a été confié à l'Équipe d'Action mixte ISO/FIL/AOAC, *Détermination de lactose et de lactate* du Comité permanent *Composants principaux du lait*, sous la conduite de son chef de projet, M. J. Labrijn (NL).

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e9876c87-9ffa-4ee9-8401-e3635e4042f5/iso-5765-1-2002>

Introduction

La présente partie de l'ISO 5765|FIL 79 décrit la méthode enzymatique destinée à la détermination de la teneur en lactose par la voie glucose. Elle est complémentaire à l'ISO 5765-2|FIL 79-2, qui traite de la détermination de la teneur en lactose par la voie galactose.

Le choix d'utiliser la méthode décrite dans la partie 1 ou celle décrite dans la partie 2 de l'ISO 5765|FIL 79 se fera en fonction de la quantité de glucose ou de galactose que contient le produit à analyser. Si la teneur en glucose de l'échantillon est considérablement plus élevée que sa teneur en lactose, il est recommandé d'utiliser la méthode décrite dans l'ISO 5765-2|FIL 79-2. À l'inverse, en présence d'un échantillon dont la teneur en galactose est considérablement plus élevée que la teneur en lactose, il est recommandé d'utiliser la méthode décrite dans la présente partie de l'ISO 5765|FIL 79.

Si les quantités de glucose et de galactose contenues dans les échantillons sont toutes les deux faibles, on peut utiliser au choix l'une ou l'autre méthode. Si les quantités de glucose et de galactose contenues dans les échantillons sont toutes les deux élevées, la précision de la détermination de la teneur en lactose sera considérablement réduite, quelle que soit la méthode utilisée.

Dans le lait et les produits laitiers ayant subi un traitement thermique, une certaine quantité de lactose peut avoir été convertie en lactulose. La teneur en lactulose ne peut pas être déterminée par l'application de la méthode décrite dans la présente partie de l'ISO 5765|FIL 79. Toutefois, si la méthode décrite dans l'ISO 5765-2|FIL 79-2 est appliquée, la teneur en lactulose sera partiellement déterminée en tant que lactose. En outre, dans le lait ou les produits laitiers ayant subi un traitement thermique intense (par exemple le lait stérilisé), une certaine quantité du lactose peut s'être liée aux protéines à la suite de réactions de Maillard. Dans de pareils cas, la teneur en lactose lié ne peut être déterminée par aucune des méthodes décrites dans les deux parties de l'ISO 5765|FIL 79.

Des résultats valables ne peuvent être obtenus que dans la mesure où les règles de bonne pratique de laboratoire (BPL) relatives aux analyses enzymatiques auront été strictement appliquées. Ces règles figurent dans l'Annexe A.

Lait sec, mélanges secs pour crèmes glacées et fromages fondus — Détermination de la teneur en lactose —

Partie 1: Méthode enzymatique par la voie glucose

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 5765|FIL 79 spécifie une méthode enzymatique pour la détermination de la teneur en lactose dans tous les types de laits secs et de mélanges secs pour crèmes glacées en présence d'autres hydrates de carbone et de substances réductrices, ainsi que dans les fromages fondus.

2 Terme et définition

Pour les besoins de la présente partie de l'ISO 5765|FIL 79, le terme et la définition suivants s'appliquent.

2.1

teneur en lactose

fraction massique de substances, déterminée par la méthode spécifiée dans la présente partie de l'ISO 5765|FIL 79 <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e9876c87-9ffa-4ee9-8401-e3635e4042f5/iso-5765-1-2002>

NOTE La teneur en lactose est exprimée en pourcentage massique.

3 Principe

3.1 Défécation de la solution ou de la suspension de l'échantillon pour obtenir un extrait purifié.

3.2 Traitement d'un extrait purifié de l'échantillon au moyen des enzymes et substances biochimiques suivantes:

- β -galactosidase, destinée à scinder le lactose en glucose et en galactose;
- hexokinase et adénosine triphosphate (ATP), en vue de phosphoryler tant le glucose initialement présent que le glucose libéré par la β -galactosidase, en glucose-6-phosphate (G6P);
- glucose-6-phosphate déshydrogénase (G6P-DH) en présence de nicotinamide-adénine-dinucléotide phosphate (NADP⁺) pour catalyser l'oxydation du G6P en 6-phosphogluconate, tandis que le NADP⁺ est converti en sa forme réduite (NADPH).

3.3 Détermination de la teneur en NADPH en mesurant l'absorbance de la solution d'essai à 340 nm.

3.4 Calcul de la teneur en lactose, qui est proportionnelle à la teneur en NADPH, à condition d'appliquer une correction pour tenir compte du glucose contenu dans l'échantillon pour essai au début de l'analyse.

4 Réactifs

Sauf indication contraire, tous les réactifs doivent être de qualité analytique reconnue. L'eau utilisée pour la préparation des solutions d'enzymes doit être d'une pureté au moins égale à celle de l'eau bidistillée dans le verre. L'eau utilisée pour les autres usages doit être de l'eau distillée dans le verre ou d'une pureté au moins égale à celle-ci.

Tenir compte des dates de production et d'expiration des réactifs données par le fabricant.

Si une suspension d'enzyme est appliquée avec une activité autre que celle prescrite, le volume de la suspension, comme indiqué dans le programme de dosage (7.6.1), doit être augmenté ou diminué proportionnellement.

NOTE Les réactifs décrits en 4.3 et en 4.5 à 4.7 inclus peuvent être obtenus dans le commerce en tant que combinaison pour essai, par exemple le «Boehringer Test Kit»¹⁾.

4.1 Solution d'hexacyanoferrate(II) de potassium, $K_4[Fe(CN)_6]$.

Dissoudre 3,6 g d'hexacyanoferrate(II) de potassium trihydraté dans de l'eau. Compléter à 100 ml avec de l'eau et mélanger.

4.2 Solution de sulfate de zinc, $ZnSO_4$.

Dissoudre 7,2 g de sulfate de zinc heptahydraté dans de l'eau. Compléter à 100 ml avec de l'eau et mélanger.

4.3 Solution d'hydroxyde de sodium, $c(NaOH) = 0,1 \text{ mol/l}$.

Dissoudre 4,0 g d'hydroxyde de sodium dans de l'eau. Compléter à 1000 ml avec de l'eau et mélanger.

4.4 Solution tampon de citrate, pH $6,6 \pm 0,1$. [ISO 5765-1:2002](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e9876c87-9ffa-4ee9-8401-2003e9423603/iso-5765-1-2002)

Dissoudre 2,8 g de citrate trisodique dihydraté ($C_6H_5O_7Na_3 \cdot 2H_2O$), 0,042 g d'acide citrique monohydraté ($C_6H_8O_7 \cdot H_2O$) et 0,625 g de sulfate de magnésium heptahydraté ($MgSO_4 \cdot 7H_2O$) dans environ 40 ml d'eau.

Ajuster le pH à $6,6 \pm 0,1$ à 20 °C au moyen d'une solution d'acide sulfurique (2 mol/l) ou d'une solution d'hydroxyde de sodium (0,1 mol/l). Compléter à 50 ml avec de l'eau et mélanger.

Cette solution peut se conserver pendant 3 mois, à condition d'être entreposée dans un réfrigérateur réglé à une température comprise entre 0 °C et 5 °C.

4.5 Solution tampon de triéthanolamine (TEA), pH $7,6 \pm 0,1$.

Dissoudre 14,0 g d'hydrochlorure de triéthanolamine ($C_6H_{15}NO_3 \cdot HCl$) et 0,25 g de sulfate de magnésium heptahydraté ($MgSO_4 \cdot 7H_2O$) dans environ 80 ml d'eau. Ajuster le pH à $7,6 \pm 0,1$ à 20 °C au moyen d'environ 5 ml de solution d'hydroxyde de sodium (5 mol/l). Compléter à 100 ml avec de l'eau et mélanger.

Cette solution peut se conserver pendant 8 semaines, à condition d'être entreposée dans un réfrigérateur réglé à une température comprise entre 0 °C et 5 °C.

4.6 Solution tampon de NADP⁺/ATP/TEA.

Dissoudre 65 mg de sel disodique de nicotinamide adénine dinucléotide phosphate ($C_{21}H_{26}N_7O_{17}P_3Na_2$, d'une pureté de 98 % à 99 %) et 170 mg de sel disodique d'adénosine-5'-triphosphate ($C_{10}H_{14}N_5O_{13}P_3Na_2$, d'une pureté de 99 % à 100 %) dans 30 ml de solution tampon de triéthanolamine (4.5).

1) Le «Boehringer Test Kit» 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 5765|FIL 79 et ne signifie nullement que l'ISO ou la FIL approuvent ou recommandent l'emploi exclusif du produit ainsi désigné.

Cette solution peut se conserver pendant 2 semaines, à condition d'être entreposée dans un réfrigérateur réglé à une température comprise entre 0 °C et 5 °C.

4.7 Suspension de β -galactosidase (provenant d'*Escherichia coli*) dans une solution de sulfate d'ammonium à 3,2 mol/l, de pH environ 6.

L'activité de la suspension de β -galactosidase (EC 3.2.1.23)^[5] doit être d'au moins 60 unités/ml (lactose comme substrat à 25 °C).

La suspension peut être conservée pendant 12 mois environ, à condition d'être entreposée dans un réfrigérateur réglé à une température comprise entre 0 °C et 5 °C. En cours d'utilisation, le récipient qui contient la suspension doit être maintenu dans de la glace pilée.

NOTE Une suspension de β -galactosidase qui ne contient pas plus de 0,001 % de, respectivement, β -fructosidase, α -galactosidase, glucose-déshydrogénase, α -glucosidase et NADH-oxydase, calculés en termes d'activité spécifique de β -galactosidase, est jugée satisfaisante.

4.8 Suspension de HK/G6P-DH (provenant de levure) dans une solution de sulfate d'ammonium à 3,2 mol/l, de pH environ 6.

L'activité de la suspension d'hexokinase (EC 2.7.1.1)^[5] doit être d'au moins 280 unités/ml à 25 °C; celle de la glucose-6-phosphate déshydrogénase (EC 1.1.1.49)^[5] doit être d'au moins 140 unités/ml à 25 °C.

La suspension peut se conserver pendant 12 mois, à condition d'être entreposée dans un réfrigérateur réglé à une température comprise entre 0 °C et 5 °C. En cours d'utilisation, le récipient qui contient la suspension doit être maintenu dans de la glace pilée.

NOTE Une suspension de HK/G6P-DH qui ne contient pas plus de 0,01 % de, respectivement, 6-phosphogluconate déshydrogénase et phosphogluco-mutase, pas plus de 0,002 % de phosphogluco-isomérase et pas plus de 0,02 % de glutathion réductase, calculés en termes d'activité spécifique de HK/G6P-DH, est jugée satisfaisante.

4.9 Solution étalon de lactose, $(C_{12}H_{22}O_{11} \cdot H_2O) = 0,8$ mg/ml.

Avant utilisation, sécher le lactose monohydraté jusqu'à masse constante dans une étuve (5.13) à 87 °C.

Dissoudre dans de l'eau 400 mg de lactose monohydraté séché. Compléter à 500 ml avec de l'eau et mélanger. La solution peut se conserver pendant 2 jours, à condition d'être entreposée dans un réfrigérateur réglé à une température comprise entre 0 °C et 5 °C. Immédiatement avant emploi, réchauffer la solution à une température d'environ 20 °C.

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 d'indication de 0,1 mg.
- 5.2 Bêchers en verre**, de 50 ml et 250 ml de capacité.
- 5.3 Pipettes graduées**, permettant de délivrer 5 ml et 10 ml, graduées en 0,1 ml.
- 5.4 Pipettes**, permettant de délivrer 10 ml, 5 ml, 1 ml, 0,2 ml et 0,05 ml.
- 5.5 Fioles jaugées à un trait**, de 100 ml de capacité.
- 5.6 Papier-filtre**, de qualité moyenne, d'environ 15 cm de diamètre.
- 5.7 Entonnoirs pour filtre**, d'environ 7 cm de diamètre.

5.8 Spectromètre, permettant de mesurer à 340 nm et équipé de cellules de 1 cm de trajet optique.

5.9 Spatules en matière plastique, permettant de mélanger, dans les cellules du spectromètre, l'échantillon avec les enzymes.

5.10 Baguettes en verre, d'environ 6 mm de diamètre et de 150 mm de longueur, destinées à la macération de l'échantillon.

5.11 Bain d'eau, si nécessaire (voir 7.6), pouvant être maintenu à une température comprise entre 20 °C et 25 °C et muni d'un support adéquat pour maintenir les cellules du spectromètre (5.8).

NOTE L'incubation des cellules dans le bain d'eau n'est nécessaire que si la température ambiante est inférieure à 20 °C.

5.12 Homogénéiseur (par exemple Ultra Turrax²⁾, capable de mettre en suspension des prises d'essai de fromage fondu.

5.13 Étuve, réglée par thermostat, capable de maintenir une température de 87 °C ± 2 °C.

5.14 Appareil moulinant ou râpant, capable de mouliner ou de râper du fromage et facile à nettoyer.

6 Échantillonnage

L'échantillonnage ne fait pas partie de la méthode spécifiée dans la présente partie de l'ISO 5765|FIL 79. Une méthode d'échantillonnage recommandée est donnée dans l'ISO 707.

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.

[ISO 5765-1:2002](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e9876c87-9ffa-4ee9-8401-e3635e4042f5/iso-5765-1-2002)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e9876c87-9ffa-4ee9-8401-e3635e4042f5/iso-5765-1-2002>

7 Mode opératoire

7.1 Essai de vérification

7.1.1 Effectuer l'essai suivant pour vérifier la récupération de lactose lorsqu'une ou plusieurs des conditions suivantes s'appliquent:

- a) utilisation d'un nouveau lot de la solution tampon de NADP⁺/ATP/TEA (4.6), de la suspension de β-galactosidase (4.7) ou de la suspension HK/G6P-DH (4.8);
- b) la solution tampon de NADP⁺/ATP/TEA (4.6) et/ou la suspension de β-galactosidase (4.7) et/ou la suspension de HK/G6P-DH (4.8) a/ont été entreposée(s) dans un réfrigérateur sans être utilisée(s) pendant plus de deux semaines;
- c) reprise de l'analyse après une période d'inactivité analytique;
- d) circonstances justifiant un tel essai.

2) Ultra Turrax 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 5765|FIL 79 et ne signifie nullement que l'ISO ou la FIL approuvent ou recommandent l'emploi exclusif du produit ainsi désigné.

7.1.2 Dans chacune de deux fioles de 100 ml (5.5), introduire, au moyen d'une pipette, respectivement 5,0 ml et 10,0 ml de la solution étalon de lactose (4.9). Ajouter environ 50 ml d'eau dans chaque fiole. Procéder comme décrit en 7.5 et 7.6.

7.1.3 Calculer la teneur en lactose monohydraté de la solution étalon de lactose (4.9) à l'aide de l'équation (3) (voir 8.1), mais en utilisant les valeurs suivantes:

V_3 est le volume de la solution étalon de lactose (4.9), $V_3 = 500$ ml;

V_4 est le volume de la solution étalon de lactose utilisée (7.1.2), $V_4 = 5$ ml et 10 ml respectivement;

V_5 est le volume total de la solution étalon diluée (7.1.2), $V_5 = 100$ ml.

7.1.4 Compte tenu du degré de pureté du lactose monohydraté, la détermination doit permettre de récupérer une teneur de (100 ± 2) % dans chacune des deux dilutions (7.1.2).

Si la teneur obtenue ne se situe pas dans cette étendue, procéder à une vérification des réactifs, du mode opératoire, de la précision des pipettes et de l'état du spectromètre. Prendre toute mesure nécessaire pour obtenir des résultats convenables. Répéter l'essai de vérification jusqu'à obtention de résultats satisfaisants.

7.2 Préparation de l'échantillon pour essai

7.2.1 Lait sec et mélanges secs pour crèmes glacées

Introduire l'échantillon pour essai dans un récipient pourvu d'un couvercle hermétique, et dont la capacité est d'environ deux fois le volume de l'échantillon. Fermer le récipient immédiatement. Bien mélanger l'échantillon par agitations et retournements successifs du récipient.

7.2.2 Fromage fondu

Enlever l'écorce ou la couche poisseuse ou moisie du fromage afin de fournir un échantillon pour essai représentatif du fromage tel qu'il est consommé d'habitude. Mouliner ou râper l'échantillon pour essai en utilisant un appareil moulinant ou râpant (5.14). Mélanger rapidement la masse moulinée ou râpée et, si possible, mouliner ou râper une seconde fois. Mélanger de nouveau fermement. Si l'échantillon pour essai ne peut pas être mouliné ou râpé, mélanger fermement en remuant et en pétrissant.

Dans le cas où un retard est inévitable, transférer l'échantillon pour essai, en attente des analyses, dans un récipient pourvu d'un couvercle hermétique, et dont la capacité est d'environ deux fois le volume de l'échantillon. Fermer le récipient immédiatement. Prendre toutes les précautions pour assurer la conservation appropriée de l'échantillon pour essai et pour empêcher la condensation d'humidité sur la surface intérieure du récipient.

Aussitôt que possible après le moulinement, le râpage ou le pétrissage ou après le retard forcé, transférer l'échantillon pour essai dans un bécher de verre de 250 ml (5.2). Ajoutez la même quantité d'eau et mettre en suspension le mélange avec un homogénéiseur (5.12).

7.3 Prise d'essai

Peser, à 1 mg près, 1 g ou davantage (voir ci-dessous) de l'échantillon pour essai (7.2.1) ou d'une suspension d'échantillon pour essai (7.2.2) et l'introduire dans un bécher (5.2). Dissoudre ou mettre en suspension cette prise d'essai dans au moins 20 ml d'eau préchauffée à une température comprise entre 40 °C et 50 °C, en utilisant, respectivement, une baguette en verre (5.10) ou un homogénéiseur (5.12). Transvaser quantitativement le contenu du bécher dans une fiole jaugée de 100 ml (5.5). Compléter avec de l'eau jusqu'à approximativement 60 ml et mélanger.