
**Lait et produits laitiers — Détermination
de la teneur en cuivre — Méthode
photométrique (Méthode de référence)**

*Milk and milk products — Determination of copper content —
Photometric method (Reference method)*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 5738:2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c2291a32-d1d2-4ecb-a569-0a0f22ed6e46/iso-5738-2004)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c2291a32-d1d2-4ecb-a569-0a0f22ed6e46/iso-5738-2004>



Numéros de référence
ISO 5738:2004(F)
FIL 76:2004(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 5738:2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c2291a32-d1d2-4ecb-a569-0a0f22ed6e46/iso-5738-2004)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c2291a32-d1d2-4ecb-a569-0a0f22ed6e46/iso-5738-2004>

© 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

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
Avant-propos	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principe	2
5 Réactifs	2
6 Appareillage	4
6.1 Verrerie	4
7 Échantillonnage	4
8 Mode opératoire	5
8.1 Préparation de l'échantillon pour essai	5
8.2 Pesée et prétraitement de la prise d'essai	7
8.3 Minéralisation	8
8.4 Développement de la coloration	8
8.5 Essai à blanc	8
8.6 Mesures photométriques	8
8.7 Nombre de déterminations	9
8.8 Courbe d'étalonnage	9
9 Calcul et expression des résultats	9
9.1 Calcul	9
9.2 Expression des résultats	9
10 Fidélité	10
10.1 Essai interlaboratoires	10
10.2 Répétabilité	10
10.3 Reproductibilité	10
11 Rapport d'essai	10
Annexe A (informative) Résultats de l'essai interlaboratoires	11
Bibliographie	12

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 5738|FIL 76 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 5738|FIL 76 annule et remplace la première édition de l'ISO 5738 (ISO 5738:1980), qui fait l'objet d'une révision technique.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 5738:2004
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c2291a32-d1d2-4ecb-a569-0a0f22ed6e46/iso-5738-2004>

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 5738|FIL 76 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 conjoint ISO/FIL/AOAC sur les *Éléments dans le lait et les produits laitiers*, du comité permanent sur les *Composants mineurs et caractérisation des propriétés physiques*, sous l'égide de son chef de projet, le Dr G. Ellen (NL).

Cette édition de l'ISO 5738|FIL 76 annule et remplace la première édition de la FIL 76 (FIL 76A:1980), qui a fait l'objet d'une révision technique.

(standards.iteh.ai)

[ISO 5738:2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c2291a32-d1d2-4ecb-a569-0a0f22ed6e46/iso-5738-2004)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c2291a32-d1d2-4ecb-a569-0a0f22ed6e46/iso-5738-2004>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 5738:2004

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c2291a32-d1d2-4ecb-a569-0a0f22ed6e46/iso-5738-2004>

Lait et produits laitiers — Détermination de la teneur en cuivre — Méthode photométrique (Méthode de référence)

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de référence pour la détermination de la teneur en cuivre du lait et des produits laitiers.

La méthode est applicable aux produits suivants:

- a) lait, lait écrémé et babeurre,
- b) lait concentré non sucré et lait concentré sucré,
- c) lait sec entier et écrémé,
- d) crème et beurre,
- e) matière grasse de beurre,
- f) crème glacée,
- g) fromage à pâte molle, à pâte dure ou demi-dure de différents âges et fromage fondu, et
- h) caséines, caséinates et coprécipités.

La méthode permet de déterminer des teneurs en cuivre de l'ordre de 0,05 mg/kg dans des échantillons de beurre et de matière grasse d'origine beurrière.

NOTE Voir l'IDF 68 pour des détails sur la matière grasse de beurre.

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 648:1977, *Verrerie de laboratoire — Pipettes à un trait*

ISO 835-1:1981, *Verrerie de laboratoire — Pipettes graduées — Partie 1: Spécifications générales*

3 Termes et définitions

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

3.1

teneur en cuivre

fraction massique de substances, déterminée selon la méthode décrite dans la présente Norme internationale

NOTE La teneur en cuivre est exprimée en milligrammes de cuivre par kilogramme.

4 Principe

Digestion de la matière organique dans la prise d'essai à l'aide d'un mélange formé d'acide nitrique et d'acide sulfurique (précédée de l'élimination de la matière grasse dans le cas de la crème, du beurre et de la matière grasse de beurre). Après neutralisation à l'aide d'ammoniaque, formation d'un complexe cuivrique à l'état de sel de l'acide diéthylthiocarbamique. Extraction du sel de cuivre(II) par l'acétate d'amyle. Mesurage par photométrie de l'absorbance de la solution jaune.

La présence de bismuth et/ou de tellure interfère avec le dosage du cuivre. Voir le contrôle de l'absence et le mode d'élimination spécifiés en 8.6.

5 Réactifs

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique et exempts de cuivre, à l'exception de la solution étalon de sulfate de cuivre(II) (5.12).

5.1 Eau, bidistillée, la distillation finale étant réalisée au moyen d'un appareillage exempt de cuivre.

5.2 Éthanol ($\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$), à environ 96 % (fraction volumique).

Distiller l'éthanol, si nécessaire, à l'aide d'un appareil exempt de cuivre.

5.3 Éther diéthylique [$(\text{C}_2\text{H}_5)_2\text{O}$].

Distiller l'éther diéthylique, si nécessaire, à l'aide d'un un appareil exempt de cuivre.

5.4 Éther de pétrole, intervalle de distillation entre 40 °C et 60 °C.

Distiller l'éther de pétrole, si nécessaire, à l'aide d'un appareil exempt de cuivre.

5.5 Acide nitrique, concentré, $\rho_{20}(\text{HNO}_3) = 1,42 \text{ g/ml}$.

Distiller à l'aide d'un appareil exempt de cuivre. Rejeter les premiers 50 ml de distillat.

5.6 Acide sulfurique

5.6.1 Acide sulfurique, concentré, $\rho_{20}(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1,84 \text{ g/ml}$.

5.6.2 Acide sulfurique, dilué, $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,5 \text{ mol/l}$.

5.7 Peroxyde d'hydrogène, solution, $\rho_{20}(\text{H}_2\text{O}_2)$ comprise entre 1,099 g/ml et 1,103 g/ml.

5.8 Solution d'ammoniaque, concentrée, $\rho_{20}(\text{NH}_3) = 0,91 \text{ g/ml}$.

Purifier la solution d'ammoniaque, si nécessaire, par distillation sous vide, à l'aide d'un appareil exempt de cuivre.

5.9 Solution de citrate d'ammonium-EDTA

Dans une fiole jaugée à un trait d'une capacité de 1 000 ml (6.12), dissoudre dans de l'eau (5.1) 400 g de citrate d'ammonium [$(\text{NH}_4)_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7$] et 100 g de sel disodique dihydraté d'EDTA [acide (éthylènedinitrilotétraacétique, sel disodique dihydraté) ($\text{Na}_2\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_8, 2\text{H}_2\text{O}$)]. Diluer avec de l'eau jusqu'au trait de 1 000 ml.

Si nécessaire, purifier cette solution de citrate d'ammonium-EDTA de la manière suivante:

Ajouter trois gouttes de la solution de phénolphthaléine (5.13) à la solution de citrate d'EDTA. Puis ajouter la quantité nécessaire d'ammoniaque (5.8) jusqu'à ce que la solution prenne une couleur rose pâle. Ajouter 10 mg de diéthylthiocarbamate de sodium (5.10). Chauffer la solution dans un bain d'eau (6.5) réglé à 60 °C pendant environ 10 min afin de dissoudre complètement le diéthylthiocarbamate de sodium. Laisser refroidir à la température ambiante.

Extraire la solution à cinq reprises dans une ampoule à décanter de 2 l avec 15 ml d'acétate d'amyle (5.11). Répéter tout le mode opératoire de purification jusqu'à ce que la dernière prise de 15 ml d'acétate d'amyle reste incolore.

5.10 Solution de diéthylthiocarbamate de sodium [(C₂H₅)₂NCSSNa]

Dans une fiole jaugée à un trait de 100 ml (6.12), dissoudre 400 mg de diéthylthiocarbamate de sodium trihydraté [(C₂H₅)₂NCSSNa,3H₂O] dans 90 ml d'eau (5.1). Diluer jusqu'au trait de 100 ml avec la solution d'ammoniaque (5.8).

Conserver la solution à l'abri de la lumière dans un réfrigérateur à une température comprise entre 0 °C et 8 °C. Renouveler la solution chaque semaine.

5.11 Acétate d'amyle

Sécher 1 l d'acétate d'amyle sur 15 g de sulfate de sodium anhydre durant 24 h. Distiller à l'aide d'un appareil exempt de cuivre. Recueillir la fraction distillée entre 136 °C et 140 °C.

Au lieu de l'acétate d'amyle, il est possible d'utiliser du xylène distillé à l'aide d'un appareil exempt de cuivre.

5.12 Solutions étalons de sulfate de cuivre(II)

[ISO 5738:2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c2291a32-d1d2-4ecb-a569-0a0f22ed6e46/iso-5738-2004)

5.12.1 Solution mère de cuivre

Dans une fiole jaugée à un trait d'une capacité de 1 000 ml (6.12), dissoudre dans de l'eau 196,5 mg de sulfate de cuivre(II) pentahydraté (CuSO₄·5H₂O). Ajouter avec précaution 5 ml d'acide sulfurique (5.6.2) et mélanger. Diluer avec de l'eau (5.1) jusqu'au trait de 1 000 ml.

5.12.2 Solution de travail de cuivre

Préparer cette solution le jour de l'utilisation.

Utiliser une pipette à un trait (6.11) pour ajouter dans une fiole jaugée à un trait de 500 ml (6.12) 10 ml de la solution mère de cuivre (5.12.1) à 5 ml d'acide sulfurique (5.6.2) et mélanger. Diluer jusqu'au trait de 500 ml avec de l'eau.

NOTE 1 ml de la solution de travail de cuivre contient 1 µg de Cu.

5.13 Solution de phénolphthaléine

Dissoudre 1 g de phénolphthaléine dans 100 ml d'éthanol à 90 % (fraction volumique).

5.14 Solution de cyanure de potassium (KCN), à 5 % (fraction massique) de KCN.

AVERTISSEMENT — Prendre toutes précautions de sécurité utiles car le KCN est un poison. Il incombe à l'utilisateur de la présente Norme internationale d'établir, avant de l'utiliser, des pratiques appropriées d'hygiène et de sécurité et de déterminer l'applicabilité de restrictions réglementaires locales.

5.15 Solution d'hydroxyde de sodium, c(NaOH) = 1 mol/l.

6 Appareillage

6.1 Verrerie

Conserver la verrerie propre dans de l'acide nitrique à 10 % (fraction massique). Avant l'usage, rincer trois fois avec de l'eau distillée et trois fois avec de l'eau bidistillée. Sécher, si nécessaire, en rinçant successivement avec de l'éthanol et de l'éther diéthylique.

6.2 Balance analytique, capable de mesurer à 1 mg près, avec une précision de lecture de 0,1 mg.

6.3 Appareil de broyage ou râpe approprié(e).

6.4 Tamis, à ouverture de maille nominale de 0,5 mm, en matériau exempt de cuivre.

6.5 Bains d'eau, permettant de maintenir des températures égales à $20\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$, à $40\text{ °C} \pm 1\text{ °C}$, à $45\text{ °C} \pm 1\text{ °C}$, à $60\text{ °C} \pm 1\text{ °C}$ ou comprises entre 30 °C et 40 °C , comprises entre 40 °C et 60 °C , comprises entre 60 °C et 65 °C et comprises entre 80 °C et 90 °C .

6.6 Microbrûleurs à gaz.

6.7 Tubes ou ballons de minéralisation (Kjeldahl), munis de bouchons en verre rodé et portant un trait repère à 50 ml sur la partie inférieure du col.

6.8 Billes en verre, conservées dans de l'acide nitrique à 10 % (fraction massique), comme la verrerie (6.1).

6.9 Éprouvettes graduées, de 5 ml et 25 ml.

6.10 Pipettes graduées, de 5 ml et 25 ml, graduées en 0,1 ml, conformes à l'ISO 835-1:1981, classe A.

6.11 Pipettes à un trait, permettant de délivrer 1 ml, 2 ml, 5 ml, 10 ml et 20 ml, conformes à l'ISO 648:1977, classe A.

6.12 Fioles jaugées à un trait, de 100 ml, 500 ml et 1 000 ml de capacité.

6.13 Spectrophotomètre, munis d'une cuvette d'un trajet optique de 10 mm, permettant de faire des lectures à 436 nm.

7 Échantillonnage

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

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.

Pendant l'échantillonnage, prendre des précautions pour éviter une contamination par le cuivre. Conserver les récipients en verre utilisés pour l'échantillonnage dans de l'acide nitrique à 10 % (fraction massique).

Conserver l'échantillon de façon à éviter toute modification ou détérioration de sa composition.

8 Mode opératoire

8.1 Préparation de l'échantillon pour essai

AVERTISSEMENT — Au cours du mode opératoire, prendre des précautions pour éviter la contamination par le cuivre.

8.1.1 Lait et lait écrémé

Placer l'échantillon dans un bain d'eau (6.5) réglé à 20 °C et mélanger avec soin. Si, dans le cas d'un échantillon de lait, la matière grasse n'est pas dispersée de façon homogène, chauffer lentement l'échantillon dans un bain d'eau (6.5) réglé à 40 °C, en mélangeant doucement par retournements. Puis refroidir rapidement l'échantillon dans un autre bain d'eau (6.5) réglé à 20 °C.

8.1.2 Baveurre

Si nécessaire, éliminer les grains de beurre. Porter l'échantillon à 20 °C en le plaçant dans un bain d'eau (6.5). Mélanger avec soin juste avant la pesée (8.2.1).

8.1.3 Crème

Porter l'échantillon à 20 °C en le plaçant dans un bain d'eau (6.5). Mélanger ou agiter parfaitement, mais pas trop vigoureusement, afin d'éviter le moussage ou le barattage. Si l'échantillon est très épais, ou si la matière grasse n'est pas dispersée uniformément, chauffer l'échantillon dans un bain d'eau (6.5) réglé à 40 °C pour faciliter le mélange. Refroidir rapidement l'échantillon dans un autre bain d'eau (6.5) réglé à 20 °C.

NOTE On ne peut pas espérer obtenir des résultats fiables si le mélange de l'échantillon n'est pas réalisé correctement ou si l'échantillon présente des signes de barattage ou d'autres anomalies.

[ISO 5738:2004](#)

8.1.4 Lait concentré non sucré

Agiter le récipient contenant l'échantillon par retournements fréquents. Ouvrir le récipient et verser lentement l'échantillon dans un autre récipient en verre doté d'un couvercle étanche. Incorporer à l'échantillon la matière grasse ou les autres constituants pouvant adhérer à la paroi du premier récipient. Agiter vigoureusement et fermer le récipient.

Chauffer le récipient clos dans un bain d'eau (6.5) entre 40 °C et 60 °C. Toutes les 15 min, sortir le récipient du bain d'eau et le secouer vigoureusement. Au bout de 2 h, retirer le récipient et le refroidir dans un autre bain d'eau (6.5) à 20 °C. Retirer le couvercle et bien mélanger en agitant le lait avec une cuillère ou une spatule.

NOTE S'il y a séparation de la matière grasse, on ne peut espérer obtenir des résultats corrects.

8.1.5 Lait concentré sucré

Ouvrir le récipient et bien mélanger l'échantillon avec une cuillère ou une spatule en appliquant un mouvement de rotation vertical, de sorte que les couches supérieures et inférieures soient agitées et mélangées. Incorporer à l'échantillon toute la matière adhérant à la paroi et au fond du récipient.

Transvaser l'échantillon aussi complètement que possible dans un deuxième récipient en verre doté d'un couvercle étanche. Fermer ce récipient. Chauffer le récipient clos dans un bain d'eau (6.5) entre 30 °C et 40 °C. Refroidir dans un autre bain d'eau (6.5) à 20 °C. Bien agiter le lait dans le récipient. Mélanger jusqu'à ce que la masse soit homogène et refermer le récipient.

Si le lait est contenu dans un tube souple, ouvrir le tube et transvaser son contenu dans un récipient en verre. Couper le tube pour l'ouvrir et transvaser toute la matière adhérant à l'intérieur aussi complètement que possible.