
**Beurre — Détermination de la teneur en
sel — Méthode potentiométrique**

Butter — Determination of salt content — Potentiometric method

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 15648:2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c5cbaa29-3d6f-4bb6-9f3e-de432e2b5e22/iso-15648-2004)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c5cbaa29-3d6f-4bb6-9f3e-de432e2b5e22/iso-15648-2004>



Numéros de référence
ISO 15648:2004(F)
FIL 179:2004(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 15648:2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c5cbaa29-3d6f-4bb6-9f3e-de432e2b5e22/iso-15648-2004)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c5cbaa29-3d6f-4bb6-9f3e-de432e2b5e22/iso-15648-2004>

© 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 15648|FIL 179 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 Internationale. Elle sera publiée conjointement par l'ISO et la FIL et séparément par l'AOAC Internationale.

[ISO 15648:2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c5cbaa29-3d6f-4bb6-9f3e-de432e2b5e22/iso-15648-2004)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c5cbaa29-3d6f-4bb6-9f3e-de432e2b5e22/iso-15648-2004>

Avant-propos FIL

La FIL (**Fédération Internationale de Laiterie**) est une fédération mondiale du secteur laitier qui a un Comité national dans chaque pays membre. Chaque Comité national a le droit d'être représenté aux Comités permanents de la FIL chargés des travaux techniques. La FIL collabore avec l'ISO et l'AOAC Internationale pour l'élaboration de méthodes normalisées d'analyse et d'échantillonnage du lait et des produits laitiers.

Les projets de Normes internationales adoptés par les groupes tripartites 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 FIL votants.

L'ISO 15648|FIL 179 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits alimentaires*, sous-comité SC 5, *Lait et produits laitiers* et par la Fédération Internationale de Laiterie (FIL), en collaboration avec l'AOAC Internationale. Elle est publiée conjointement par l'ISO et la FIL, et séparément par l'AOAC Internationale.

La totalité des travaux a été confiée au groupe tripartite ISO/FIL/AOAC *Constituants mineurs* du Comité permanent *Constituants mineurs et caractérisation des propriétés physiques* sous l'égide de son chef de projet, Monsieur G. Bräthen (NO).

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 15648:2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c5cbaa29-3d6f-4bb6-9f3e-de432e2b5e22/iso-15648-2004)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c5cbaa29-3d6f-4bb6-9f3e-de432e2b5e22/iso-15648-2004>

Beurre — Détermination de la teneur en sel — Méthode potentiométrique

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination de la teneur en sel de tous les types de beurre contenant une fraction massique de plus de 0,1 % de sel.

NOTE Si cette méthode est utilisée dans le cadre de l'analyse d'un beurre ayant une faible teneur en sel, la valeur de fidélité relative attendue sera plus élevée que pour du beurre salé; voir également la Référence [4].

2 Termes et définitions

Pour les besoins de la présente Norme internationale, le terme et la définition suivants s'appliquent.

2.1

teneur en sel du beurre

fraction massique de substances déterminées suivant le mode opératoire spécifié dans la présente Norme internationale

ISO 15648:2004

NOTE La teneur en sel, en tant qu'équivalent du chlorure de sodium, s'exprime en pourcentage en masse.

3 Principe

Suspension d'une prise d'essai dans l'eau. Titration potentiométrique de l'ion chlorure avec une solution étalon titrée de nitrate d'argent.

4 Réactifs

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, sauf spécification contraire, ainsi que de l'eau distillée ou déminéralisée exempte de chlorure, ou bien de l'eau de pureté équivalente.

4.1 Solution titrée de nitrate d'argent, concentration $c(\text{AgNO}_3)$ comprise entre 0,08 mol/l et 0,12 mol/l.

Dissoudre entre 13,6 g et 20,4 g de nitrate d'argent dans de l'eau pratiquement exempte de dioxyde de carbone et diluer à 1 000 ml. Étalonner la solution titrée de nitrate d'argent avec du chlorure de sodium (NaCl) ayant été préalablement séché à 300 °C pendant 2 h.

Exprimer la concentration de la solution titrée de nitrate d'argent avec quatre chiffres après la virgule. Stocker la solution à l'abri de la lumière solaire directe.

Il est possible d'utiliser des solutions disponibles dans le commerce.

4.2 Acide nitrique, solution $c(\text{HNO}_3) \approx 4$ mol/l.

5 Appareillage

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

5.1 Balance analytique, permettant d'effectuer des pesées à 1 mg près et ayant un échelon de vérification de 0,1 mg.

5.2 Potentiomètre, doté d'une électrode de mesure permettant de doser le chlorure (électrode en argent, par exemple) et d'une électrode de référence [par exemple une électrode au sulfate de mercure(I)].

5.3 Récipient, convenant au mélange et au titrage.

5.4 Éprouvettes graduées, de 50 ml et de 100 ml de capacité.

5.5 Burette, de 50 ml de capacité, ayant des graduations de 0,1 ml ou, de préférence, **burette à piston automatique**, lisible à 0,01 ml près, toutes deux en verre brun ou protégées de la lumière.

5.6 Agitateur

Un titrage (semi-)automatique approprié peut être utilisé pour 5.2 à 5.6.

5.7 Cuillère ou spatule

6 Échantillonnage

iTeh STANDARD PREVIEW

Il est important que l'échantillon reçu par le laboratoire soit réellement représentatif 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.

Conserver l'échantillon en veillant à éviter toute détérioration et toute modification de sa composition.

7 Préparation de l'échantillon pour essai

Prélever un échantillon pour essai représentatif.

Si l'échantillon pour essai est visiblement non homogène ou si l'historique de l'échantillon pour essai (âge, conditions de conservation) peut laisser présager une non-homogénéité, homogénéiser l'échantillon comme indiqué ci-dessous.

- a) Chauffer l'échantillon pour essai dans le récipient d'origine non ouvert, rempli entre la moitié et les deux tiers, à une température à laquelle l'échantillon deviendra suffisamment mou pour faciliter le mélange complet jusqu'à un stade homogène (soit à l'aide d'un agitateur mécanique, soit à la main). Veiller à ce que la température de mélange ne dépasse pas 30 °C.
- b) Refroidir l'échantillon pour essai à la température ambiante en mélangeant en continu jusqu'à obtention du refroidissement. Après quoi, dès que possible, ouvrir le récipient contenant l'échantillon et agiter brièvement sans dépasser 10 s, avec un dispositif approprié tel qu'une cuillère ou une spatule (5.7), avant de peser.

8 Mode opératoire

8.1 Prise d'essai

Peser, à 1 mg près, entre 2 g et 4 g d'échantillon pour essai (Article 7) dans le récipient (5.3). Enregistrer la masse à 0,1 mg près.

8.2 Détermination

8.2.1 Ajouter 100 ml d'eau en ébullition ou 100 ml d'eau froide et la porter à ébullition pour dissoudre la prise d'essai. Refroidir la suspension obtenue à une température inférieure à 55 °C.

Introduire l'électrode de mesure et l'électrode de référence du potentiomètre (5.2) dans la suspension.

Titrer la suspension avec la solution titrée de nitrate d'argent (4.1) en utilisant la burette (5.5). Agiter en continu jusqu'à ce que le point final soit presque atteint. Ensuite, titrer avec précaution jusqu'au point final.

NOTE Le point final correspond à la différence maximale de potentiel observée entre deux ajouts égaux successifs (d'environ 0,05 ml) de solution titrée de nitrate de d'argent.

8.2.2 Si le titrage est difficile, l'ajout avant titrage de 2 ml à 3 ml de solution d'acide nitrique (4.2) peut améliorer le titrage. Lors des essais avec ajout de solution d'acide nitrique dans le cadre de l'essai interlaboratoires (voir Annexe A), il a été démontré que le niveau de fidélité atteint était le même.

8.3 Essai à blanc iTeh STANDARD PREVIEW

Effectuer un essai à blanc en utilisant tous les réactifs, mais en omettant la prise d'essai.

9 Calcul et expression des résultats

9.1 Calcul

Calculer la teneur en sel de l'échantillon pour essai, w , exprimée en pourcentage en masse, en utilisant l'équation suivante:

$$w = \frac{(V_1 - V_0) \times 5,84 \ c}{m}$$

où

V_0 est le volume de la solution titrée de nitrate d'argent, utilisé pour l'essai à blanc, exprimé en millilitres (voir 8.3);

V_1 est le volume de la solution titrée de nitrate d'argent, utilisé lors de la détermination, exprimé en millilitres (voir 8.2);

c est la valeur numérique de la concentration réelle de la solution titrée de nitrate d'argent, exprimée en moles par litre;

5,84 est le facteur permettant de transformer la teneur obtenue de Cl^- en sel (NaCl);

m est la masse de la prise d'essai, exprimée en grammes (voir 8.1).

9.2 Expression des résultats

Noter les résultats d'essai avec deux chiffres après la virgule.

10 Fidélité

10.1 Essai interlaboratoires

Des résultats détaillés d'un essai interlaboratoires portant sur la fidélité de la méthode sont donnés dans l'Annexe A.

Les valeurs déduites à partir de cet essai peuvent ne pas être applicables aux domaines de concentration et aux matrices qui diffèrent de ceux indiqués.

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 et dans un court intervalle de temps, ne dépassera pas une fraction massique de 0,05 % dans plus de 5 % des cas.

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, ne dépassera pas une fraction massique de 0,08 % dans plus de 5 % des cas.

11 Rapport d'essai

ISO 15648:2004
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c5cbaa29-3d6f-4bb6-9f3e-de432e2b5e22/iso-15648-2004>

Le rapport d'essai doit indiquer:

- a) toutes les informations 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 une référence à la présente Norme internationale;
- d) tous les détails opératoires non spécifiés dans la présente Norme internationale ou considérés comme optionnels, ainsi que les détails des incidents qui ont pu influencer sur le(s) résultat(s) d'essai;
- e) le(s) résultat(s) d'essai obtenu(s) et, si la répétabilité a été vérifiée, le résultat final indiqué obtenu.

Annexe A (informative)

Résultats de l'essai interlaboratoires

A.1 Un essai interlaboratoires conduit à l'échelle internationale avec la participation de onze laboratoires a été réalisé sur six échantillons de beurre ayant été chacun divisés en deux échantillons égaux de façon à obtenir 12 échantillons pour essai.

Cet essai a été organisé par l'institut norvégien «Food and Environmental Analysis». Les résultats obtenus ont été soumis à une analyse statistique conformément à l'ISO 5725-1 et à l'ISO 5725-2, ce qui a permis d'obtenir les données de fidélité indiquées dans le Tableau A.1.

Sur la base des résultats obtenus, la limite de répétabilité, r , a été fixée à 0,05 %. La limite de reproductibilité, R , a été fixée à 0,08 %.

Tableau A.1 — Résultats des essais interlaboratoires

	Échantillons de beurre						Moyenne ^b
	A	B	C	D	E	F	
Nombre de laboratoires participants après élimination des valeurs aberrantes	10	10	10	11	9	11	
Valeur moyenne ^a	1,388	1,306	1,051	0,015	2,027	1,295	
Écart-type de répétabilité, s_r ^a	0,016	0,017	0,017	0,003	0,016	0,023	0,018
Coefficient de variation de la répétabilité ^a	1,13	1,43	1,65	20,73	0,77	1,81	1,36
Limite de répétabilité, r (= 2,8 s_r) ^a	0,044	0,052	0,048	0,008	0,044	0,066	0,051
Écart-type de reproductibilité, s_R ^a	0,023	0,041	0,024	0,013	0,025	0,026	0,028
Coefficient de variation de la reproductibilité ^a	1,62	3,16	2,32	88,80	1,22	2,04	2,07
Limite de reproductibilité, R (= 2,8 s_R) ^a	0,063	0,115	0,068	0,036	0,069	0,074	0,078
^a Fraction massique en pourcentage.							
^b Valeurs moyennes sans l'échantillon de beurre D.							

A.2 Une étude complémentaire identique a été organisée en utilisant le mode opératoire décrit en 8.2.2. Cette étude a été organisée pour démontrer que l'ajout d'acide nitrique avant la titration apporterait une amélioration. Aucune différence significative a été mise en évidence entre les résultats obtenus avec la méthode d'origine et la méthode modifiée.

Les résultats d'essai obtenus avec l'ajout d'acide nitrique (méthode modifiée) sont donnés dans le Tableau A.2.