

NORME
INTERNATIONALE

ISO
5548

FIL
106

Deuxième édition
2004-12-01

**Caséines et caséinates — Détermination
de la teneur en lactose — Méthode
photométrique**

*Caseins and caseinates — Determination of lactose content —
Photometric method*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 5548:2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/406ac9a8-73e7-4426-ba0c-47682d2719ae/iso-5548-2004)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/406ac9a8-73e7-4426-ba0c-47682d2719ae/iso-5548-2004>



Numéros de référence
ISO 5548:2004(F)
FIL 106:2004(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 5548:2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/406ac9a8-73e7-4426-ba0c-47682d2719ae/iso-5548-2004)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/406ac9a8-73e7-4426-ba0c-47682d2719ae/iso-5548-2004>

© 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

Avant-propos	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principe	1
5 Réactifs	2
6 Appareillage	2
7 Échantillonnage	3
8 Mode opératoire	3
8.1 Préparation de l'échantillon pour essai	3
8.2 Essai à blanc	3
8.3 Prise d'essai	3
8.4 Solution d'essai	4
8.5 Détermination	4
8.6 Établissement de la courbe d'étalonnage	4
9 Calcul et expression des résultats	5
9.1 Calcul	5
9.2 Expression des résultats	5
10 Fidélité	5
10.1 Répétabilité	5
10.2 Reproductibilité	5
11 Rapport d'essai	6
Bibliographie	7

ITeH STANDARD PREVIEW
 (standards.iteh.ai)

ISO 5548:2004
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/406ac9a8-73e7-4426-ba0c-47682d2719ac/iso-5548-2004>

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 5548|FIL 106 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 5548|FIL 106 annule et remplace l'ISO 5548:1980, dont elle constitue une révision mineure. Seules des modifications rédactionnelles ont été apportées.

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 5548|FIL 106 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 du Comité permanent chargé des *Méthodes d'analyse des caséines et des caséinates*, sous la conduite de son chef de projet, Monsieur J. Eisses (NL).

Cette édition de l'ISO 5548|FIL 106 annule et remplace la FIL 106:1982. Seules des modifications rédactionnelles ont été apportées. **(standards.iteh.ai)**

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/406ac9a8-73e7-4426-ba0c-47682d2719ae/iso-5548-2004>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 5548:2004

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/406ac9a8-73e7-4426-ba0c-47682d2719ae/iso-5548-2004>

Caséines et caséinates — Détermination de la teneur en lactose — Méthode photométrique

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode photométrique de détermination de la teneur en lactose et autres hydrates de carbone solubles des caséines et des caséinates contenant moins de 2,0 % d'hydrates de carbone solubles totaux.

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 3310-1, *Tamis de contrôle — Exigences techniques et vérifications — Partie 1: Tamis de contrôle en tissus métalliques*

3 Termes et définitions

[ISO 5548:2004](#)

[standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/406ac9a8-73e7-4426-ba0c-47682d2719ae/iso-5548-2004](#)

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

3.1

teneur en lactose des caséines et des caséinates

teneur en hydrates de carbone solubles totaux, exprimée en lactose anhydre, déterminée selon le mode opératoire spécifié dans la présente Norme internationale

NOTE Elle est exprimée en fraction massique.

4 Principe

Dissolution d'une prise d'essai

- dans de l'eau chaude, dans le cas des caséinates;
- dans de l'eau chaude additionnée d'hydrogencarbonate de sodium, dans le cas des caséines acides;
- dans de l'eau chaude additionnée de triphosphate pentasodique, dans le cas des caséines présures.

Précipitation de la caséine au moyen d'une solution d'acide acétique et d'acétate de sodium, à pH 4,6, puis filtration pour obtenir une solution d'hydrates de carbone exempte de protéines. Addition d'une solution de phénol et d'acide sulfurique concentré à une partie aliquote du filtrat provoquant l'apparition d'une coloration proportionnelle à la quantité d'hydrates de carbone présente, et mesurage photométrique à la longueur d'onde de 490 nm.

5 Réactifs

Sauf indication différente, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau distillée ou de l'eau déminéralisée ou de pureté équivalente.

- 5.1 **Hydrogénéocarbonate de sodium** (NaHCO_3), pour l'analyse des caséines acides.
- 5.2 **Triphosphate pentasodique** ($\text{Na}_5\text{P}_3\text{O}_{10}$), pour l'analyse des caséines présures.
- 5.3 **Acide chlorhydrique dilué** ou **acide sulfurique dilué**, $c(\text{HCl})$ ou $c(1/2 \text{H}_2\text{SO}_4) = 0,1 \text{ mol/l}$.
- 5.4 **Acide acétique dilué**, $c(\text{CH}_3\text{CO}_2\text{H}) = 100 \text{ g/l}$.
- 5.5 **Solution d'acétate de sodium**, $c(\text{CH}_3\text{COONa}) = 1 \text{ mol/l}$.
- 5.6 **Solution de phénol** à 80 % (fraction massique).

Chauffer un mélange formé de 8 g de phénol et de 2 g d'eau, jusqu'à obtention d'un mélange homogène.

- 5.7 **Acide sulfurique**, concentré, $\rho_{20}(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1,84 \text{ g/ml}$.
- 5.8 **Solution étalon de lactose**, $\rho_{20}(\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11}) = 20 \text{ g/l}$.

Peser $2,105 \text{ g} \pm 0,001 \text{ g}$ de lactose monohydraté, correspondant à 2,00 g de lactose anhydre, dans une fiole jaugée de 100 ml. Dissoudre le lactose dans de l'eau, compléter au trait repère avec de l'eau et bien mélanger. Conserver la solution étalon obtenue à 0 °C.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standard.iteh.ai)
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/406ac9a8-73e7-4426-ba0c-47682d2719ae/iso-5548-2004>

6 Appareillage

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

- 6.1 **Balance analytique**, capable de peser à 1 mg près.
- 6.2 **Fioles coniques**, de 100 ml de capacité.
- 6.3 **Pipettes à un trait**, de 1 ml, 2 ml et 10 ml de capacité.
- 6.4 **Micropipettes**, de 0,2 ml de capacité, graduées en 0,001 ml.
- 6.5 **Pipettes graduée**, de 25 ml de capacité.
- 6.6 **Tubes à essais**, d'environ 40 ml de capacité, à cols rodés et munis de bouchons en verre rodés.
- 6.7 **Système automatique**, permettant de délivrer 5 ml d'acide sulfurique concentré en moins de 1 s.
- 6.8 **Bain d'eau**, réglable de 60 °C à 70 °C.
- 6.9 **Photomètre**, permettant des mesurages à 490 nm, équipé de cuves de 1 cm à 2 cm de parcours optique.
- 6.10 **Mélangeur**, approprié au mélange à l'intérieur des tubes à essais (6.6), avec agitateur résistant aux acides forts.

6.11 Dispositif de broyage, permettant, si nécessaire (voir 8.1.4), de broyer l'échantillon pour laboratoire sans provoquer d'échauffement excessif ni de perte ou d'absorption d'humidité. Ne pas utiliser un broyeur à marteaux.

6.12 Tamis de contrôle, à toile métallique, de 200 mm de diamètre, de 500 µm de dimension nominale d'ouverture, muni d'un réceptacle, conforme à l'ISO 3310-1.

6.13 Fioles jaugées, de 100 ml de capacité.

6.14 Bain d'eau, réglable à 20 °C.

7 Échantillonnage

Il est important que le laboratoire reçoive un échantillon réellement représentatif, non endommagé ou 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^[1].

8 Mode opératoire

8.1 Préparation de l'échantillon pour essai

8.1.1 Bien mélanger l'échantillon pour laboratoire au moyen d'agitations et de retournements répétés du récipient (si nécessaire après avoir transvasé la totalité de l'échantillon pour laboratoire dans un récipient étanche à l'air, de capacité convenable, en vue de permettre la réalisation de cette opération).

8.1.2 Transvaser environ 50 g de l'échantillon pour laboratoire bien mélangé sur le tamis de contrôle (6.12).

8.1.3 Si cette fraction de 50 g passe complètement ou presque à travers le tamis, utiliser pour la détermination l'échantillon tel qu'il a été préparé en 8.1.1.

8.1.4 Dans le cas contraire, broyer cette fraction de 50 g au moyen du dispositif de broyage (6.11) jusqu'à ce qu'elle passe complètement à travers le tamis. Transvaser immédiatement l'échantillon tamisé dans un récipient étanche à l'air, de capacité suffisante, et bien mélanger au moyen d'agitations et de retournements répétés. Au cours de ces opérations, prendre toutes précautions utiles en vue d'éviter une modification de la teneur en eau du produit.

8.1.5 Procéder à la détermination (8.5) dès que possible après la préparation de l'échantillon pour essai.

8.2 Essai à blanc

Préparer une solution à blanc contenant $0,1\text{ g} \pm 0,001\text{ g}$ d'hydrogénocarbonate de sodium (5.1) ou $0,1\text{ g} \pm 0,001\text{ g}$ de triphosphate pentasodique (5.2), selon le cas, en utilisant le même appareillage, les mêmes réactifs en quantités identiques et le même mode opératoire que celui décrit de 8.4.2 à 8.5.1 inclus, mais en omettant la prise d'essai et les opérations dues à la présence d'une prise d'essai.

En vue d'obtenir des résultats plus précis, préparer simultanément la solution à blanc, la solution d'essai et les solutions étalons de travail de lactose pour la courbe d'étalonnage (voir 8.6).

8.3 Prise d'essai

Dans une fiole conique (6.2), peser, à 1 mg près, environ 1 g de l'échantillon pour essai (8.1).