NORME INTERNATIONALE

ISO 9231

FIL 139

Première édition
2008-07-15

Lait et produits laitiers — Détermination de la teneur en acide benzoïque et en acide sorbique

Milk and milk products — Determination of the benzoic and sorbic acid contents

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 9231:2008
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e2895551-c77e-487a-9ca8-1870590d2eb0/iso-9231-2008

Numéros de référence
ISO 9231:2008(F)
FIL 139:2008(F)

© ISO et FIL 2008

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 9231:2008
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e2895551-c77e-487a-9ca8-1870590d2eb0/iso-9231-2008

DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO et FIL 2008

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
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 1

5 Réactifs 1

6 Appareillage 3

7 Échantillonnage 3

8 Préparation de l'échantillon pour essai 3
8.1 Yaourt et autres laits fermentés 3
8.2 Autres produits laitiers 4

9 Mode opératoire 4
9.1 Précipitation des graisses et des protéines et clarification 4
9.2 Chromatographie liquide à haute performance (CLHP) 4

10 Calcul et expression des résultats 5
10.1 Calcul 5
10.2 Expression des résultats 5

11 Fidélité 5
11.1 Essais interlaboratoires 5
11.2 Répétabilité 5
11.3 Reproductibilité 5

12 Rapport d'essai 6

Annexe A (informative) **Essais interlaboratoires** 7

Bibliographie 9

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 9231:2008
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e2895551-c77e-487a-9ca8-1870590d2cb0/iso-9231-2008

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.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

L'ISO 9231 | FIL 139 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.

ISO 9231:2008
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e2895551-c77e-487a-9ca8-1870590d2eb0/iso-9231-2008

 © ISO et FIL 2008 – Tous droits réservés

Avant-propos

La **FIL (Fédération internationale de laiterie)** est une organisation sans but lucratif représentant le secteur laitier mondial. Les membres de la FIL se composent des Comités nationaux dans chaque pays membre et des associations laitières régionales avec lesquelles la FIL a signé des accords de coopération. Tout membre de la FIL 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 9231 | FIL 139 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.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

L'ensemble des travaux a été confié à l'Équipe d'Action mixte ISO-FIL *Vitamines et additifs alimentaires* du comité permanent *Méthodes d'analyse des additifs et des contaminants* sous la conduite de son chef de projet, Dr. M. Carl (DE).

L'ISO 9231 | FIL 139:2008 annule et remplace la FIL 139:1987 qui a fait l'objet d'une révision technique.

ISO 9231:2008
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e2895551-c77e-487a-9ca8-1870590d2eb0/iso-9231-2008

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 9231:2008
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e2895551-c77e-487a-9ca8-1870590d2eb0/iso-9231-2008

Lait et produits laitiers — Détermination de la teneur en acide benzoïque et en acide sorbique

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination de la teneur en acide benzoïque et en acide sorbique dans le lait et les produits laitiers.

Cette méthode est applicable au lait liquide, au lait sec, au yaourt et aux autres laits fermentés ainsi qu'aux fromages et fromages fondus et convient pour la détermination de la teneur des deux composés à des niveaux de concentration supérieurs à 5 mg/kg.

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).

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1042, *Verrerie de laboratoire — Fioles jaugées à un trait*

ISO 9231:2008
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e2895551-c77e-487a-9ca8-1870590d2eb0/iso-9231-2008

3 Termes et définitions

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

3.1
teneurs en acide benzoïque et en acide sorbique
fractions massiques d'acide benzoïque et d'acide sorbique déterminées selon le mode opératoire spécifié dans la présente Norme internationale

NOTE Les teneurs en acide benzoïque et en acide sorbique sont exprimées en milligrammes par kilogramme de produit.

4 Principe

Des graisses et des protéines sont éliminées d'une solution légèrement alcaline du produit par la précipitation de Carrez. Après dilution de la solution résultante avec du méthanol, le surnageant est filtré. L'acide benzoïque et l'acide sorbique sont séparés par chromatographie liquide haute performance (CLHP) sur une colonne C_{18} à phase inverse, mesurant l'absorbance à 227 nm et à 250 nm.

5 Réactifs

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

5.1 Méthanol (CH_3OH).

© ISO et FIL 2008 – Tous droits réservés

5.2 Réactifs de précipitation, comme suit:

5.2.1 Solution d'hexacyanoferrate(II) de potassium

Dissoudre dans de l'eau 10,6 g d'hexacyanoferrate(II) de potassium trihydraté ($K_4[Fe(CN)_6],3H_2O$) dans une fiole jaugée à un trait de 100 ml (6.3). Diluer au trait avec de l'eau et mélanger.

NOTE 100 ml de solution suffisent pour 40 essais.

5.2.2 Solution d'acétate de zinc

Dissoudre 21,9 g d'acétate de zinc dihydraté [$(CH_3COO)_2Zn,2H_2O$] et 32 ml d'acide acétique (CH_3COOH) dans de l'eau, dans une fiole jaugée à un trait de 100 ml (6.3). Diluer au trait avec de l'eau et mélanger.

Si l'acétate de zinc dihydraté ne se dissout pas complètement, chauffer la fiole de 100 ml et son contenu dans le bain d'eau (6.2) réglé à 70 °C en mélangeant par brassage. Après dissolution complète de l'acétate de zinc dihydraté, refroidir la solution ainsi obtenue à la température ambiante. Diluer au trait avec de l'eau et mélanger de nouveau.

NOTE 100 ml de solution suffisent pour 40 essais.

5.3 Solution tampon phosphate, pH 6,7.

Dissoudre, dans 1 l d'eau, 2,5 g de phosphate de potassium dihydrogéné (KH_2PO_4) et 2,5 g de phosphate de potassium monohydrogéné trihydraté ($K_2HPO_4,3H_2O$) et mélanger. Filtrer la solution ainsi obtenue à l'aide du système de filtration des solvants (6.8).

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

5.4 Phase mobile, pour CLHP.

Mélanger 10 volumes de méthanol (5.1) avec 90 volumes de solution tampon phosphate (5.3). Éliminer le gaz dissous en créant un léger vide.

ISO 9231:2008
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e2895551-c77e-487a-9ca8-1870390d2eb0/iso-9231-2008

5.5 Solution d'hydroxyde de sodium, c(NaOH) = 0,1 mol/l.

Dissoudre 4,0 g de pastilles d'hydroxyde de sodium dans de l'eau, dans une fiole jaugée à un trait de 1 000 ml (6.3). Diluer au trait avec de l'eau et mélanger.

5.6 Acide sulfurique, $c(H_2SO_4)$ = 0,5 mol/l.

Verser avec précaution 15 ml d'acide sulfurique concentré, de fraction massique d'au moins 95 % à 98 %, dans 250 ml d'eau, dans une fiole jaugée à un trait de 500 ml (6.3), puis laisser refroidir. Diluer au trait avec de l'eau et mélanger.

5.7 Solutions étalon d'acide sorbique et d'acide benzoïque, comme suit:

5.7.1 Solution mère étalon

Dissoudre 50 mg d'acide sorbique et 50 mg d'acide benzoïque dans du méthanol (5.1) dans une fiole jaugée à un trait de 100 ml (6.3). Diluer au trait avec du méthanol (5.1) et mélanger.

La solution mère étalon reste stable pendant au moins trois semaines, à condition de la conserver au réfrigérateur à une température comprise entre 4 °C et 7 °C.

5.7.2 Solution de travail étalon

Diluer 500 ml de méthanol (5.1) avec 500 ml d'eau pour obtenir une solution aqueuse de méthanol de fraction volumique de 50 %.

Le jour de son utilisation, introduire à la pipette 5 ml de la solution mère étalon (5.7.1) dans une fiole jaugée à un trait de 250 ml (6.3). Diluer au trait avec la solution de méthanol à 50 % d'eau et mélanger. La solution de travail étalon ainsi obtenue contient 10 µg/ml d'acide sorbique et d'acide benzoïque.

 © ISO et FIL 2008 – Tous droits réservés

6 Appareillage

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

6.1 Balance analytique, permettant de peser à 1 mg près, avec une précision de 0,1 mg.

6.2 Bain d'eau, pouvant être maintenu à une température de 70 °C ± 2 °C.

6.3 Fioles jaugées à un trait, de capacité 100 ml, 250 ml, 500 ml et 1 000 ml, conformes aux exigences spécifiées dans l'ISO 1042, classe A.

6.4 Chromatographe en phase liquide, muni d'une pompe pouvant exercer des pressions atteignant 4,37 MPa (6000 psi), d'un injecteur, d'un détecteur UV à deux longueurs d'onde ou à barrette de diodes, et d'un enregistreur ou intégrateur.

Le détecteur à deux longueurs d'onde doit être équipé d'une cellule optique ayant un parcours optique de 1 cm et doit permettre de mesurer l'absorbance à 227 nm (pour l'acide benzoïque) et à 250 nm (pour l'acide sorbique).

6.5 Colonne CLHP, en acier inoxydable, ayant une longueur de 250 mm et un diamètre intérieur de 4 mm, contenant une phase inversée, avec adsorbant de silice traité à l'octadécyle (ODC), par exemple Micro Bondapak C_{18}[1)] ou similaire.

6.6 Seringue pour CLHP.

6.7 Système de clarification de l'échantillon, pour la filtration sur membrane des extraits d'échantillon, au moyen de filtres ayant une ouverture de pores de 0,45 µm pour solutions aqueuses.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

6.8 Système de filtration des solvants, pour la filtration sur membrane des solvants, au moyen de filtres ayant une ouverture de pores de 0,45 µm pour solutions aqueuses.

ISO 9231:2008
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e2895551-c77e-487a-9ca8-1870590d2eb0/iso-9231-2008

6.9 Bain à ultrasons.

6.10 pH-mètre.

7 Échantillonnage

Il convient qu'un échantillonnage représentatif soit envoyé au laboratoire. Il ne doit pas avoir été endommagé ou modifié lors du transport ou 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 | FIL 50 [1].

Conserver l'échantillon pour essai de façon à éviter toute détérioration et modification de sa composition.

8 Préparation de l'échantillon pour essai

8.1 Yaourt et autres laits fermentés

Avant de commencer le mode opératoire, homogénéiser l'échantillon en remuant et en chauffant doucement jusqu'à 40 °C. Peser, à 0,1 g près, 20 g d'échantillon homogénéisé dans une fiole jaugée à un trait de 100 ml (6.3).

---

1) Micro Bondapak C_{18}® 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 approuvent ou recommandent l'emploi exclusif du produit ainsi désigné. Des produits équivalents peuvent être utilisés s'il est démontré qu'ils conduisent aux mêmes résultats.

© ISO et FIL 2008 – Tous droits réservés