

---

---

**Lait — Détermination du point de  
congélation — Méthode au cryoscope à  
thermistance (Méthode de référence)**

*Milk — Determination of freezing point — Thermistor cryoscope method  
(Reference method)*

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO 5764:2009](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ab9475ab-ac1a-411c-a030-d248871a40b7/iso-5764-2009)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ab9475ab-ac1a-411c-a030-  
d248871a40b7/iso-5764-2009](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ab9475ab-ac1a-411c-a030-d248871a40b7/iso-5764-2009)



Numéros de référence  
ISO 5764:2009(F)  
FIL 108:2009(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 5764:2009](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ab9475ab-ac1a-411c-a030-d248871a40b7/iso-5764-2009)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ab9475ab-ac1a-411c-a030-d248871a40b7/iso-5764-2009>



### DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO et FIL 2009

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](mailto:copyright@iso.org)  
Web [www.iso.org](http://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](mailto:info@fil-idf.org)  
Web [www.fil-idf.org](http://www.fil-idf.org)

Publié en Suisse

## Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
Avant-propos.....	v
1 <b>Domaine d'application</b> .....	1
2 <b>Références normatives</b> .....	1
3 <b>Termes et définitions</b> .....	1
4 <b>Principe</b> .....	2
5 <b>Réactifs</b> .....	2
6 <b>Appareillage</b> .....	3
7 <b>Échantillonnage</b> .....	4
8 <b>Étalonnage du cryoscope à thermistance</b> .....	5
9 <b>Préparation de l'échantillon pour essai</b> .....	6
9.1 <b>Préparation</b> .....	6
9.2 <b>État de l'échantillon</b> .....	6
10 <b>Mode opératoire</b> .....	6
10.1 <b>Vérifications préliminaires</b> .....	6
10.2 <b>Vérification de routine de l'étalonnage</b> .....	6
10.3 <b>Détermination</b> .....	6
11 <b>Calcul et expression des résultats</b> .....	7
11.1 <b>Calculs</b> .....	7
11.2 <b>Expression des résultats</b> .....	7
12 <b>Fidélité</b> .....	7
12.1 <b>Essai interlaboratoires</b> .....	7
12.2 <b>Répétabilité</b> .....	8
12.3 <b>Reproductibilité</b> .....	8
13 <b>Rapport d'essai</b> .....	8
<b>Annexe A (informative) Essai interlaboratoires du lait de bovin</b> .....	9
<b>Annexe B (informative) Essai interlaboratoires du lait cru de brebis et de chèvre</b> .....	11
<b>Annexe C (informative) Lignes directrices pour l'application de méthodes de routine au cryoscope à thermistance</b> .....	13
<b>Annexe D (informative) Ajustement du point de congélation utilisé comme référence pour le lait véritable</b> .....	16
<b>Bibliographie</b> .....	17

## 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 5764|FIL 108 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.

Cette troisième édition de l'ISO 5764|FIL 108 annule et remplace la deuxième édition (ISO 5764|FIL 108:2002), dont le domaine d'application a fait l'objet d'une révision technique.

## 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 5764|FIL 108 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.

L'ensemble des travaux a été confié à l'Équipe d'Action mixte ISO/FIL, *Eau*, du comité permanent chargé des *Principaux composants du lait*, sous la conduite de son chef de projet, Mme S. Orlandini (IT).

La présente édition de l'ISO 5764|FIL 108 annule et remplace l'ISO 5764|FIL 108:2002, dont le domaine d'application a fait l'objet d'une révision technique.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ab9475ab-ac1a-411c-a030-d248871a40b7/iso-5764-2009>

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 5764:2009

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ab9475ab-ac1a-411c-a030-d248871a40b7/iso-5764-2009>

# Lait — Détermination du point de congélation — Méthode au cryoscope à thermistance (Méthode de référence)

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de référence pour la détermination du point de congélation du lait entier cru de bovin, traité thermiquement, à matière grasse réduite, et du lait écrémé de bovin ainsi que du lait cru de brebis et de chèvre, utilisant un cryoscope à thermistance.

Le point de congélation peut être utilisé pour estimer la proportion d'eau étrangère dans le lait. Le calcul de la quantité d'eau étrangère est toutefois sujet à des variations journalières et saisonnières et ne fait pas partie du domaine d'application de la présente Norme internationale.

Les résultats obtenus à partir d'échantillons ayant une acidité supérieure à 20 ml d'une solution d'hydroxyde de sodium à 0,1 mol/l pour 10 g de solides non gras ne sont pas représentatifs du lait d'origine.

NOTE 1 La stérilisation et la pasteurisation sous vide peuvent modifier le point de congélation du lait (voir Référence [5]).

NOTE 2 La méthode utilise des appareils dont le principe est basé sur la recherche du plateau. Pour des mesurages de routine, d'autres méthodes au cryoscope à thermistance, par exemple des méthodes à temps fixé, peuvent être utilisées. Des lignes directrices pour l'application d'autres méthodes sont données en Annexe C.

NOTE 3 La valeur limite mentionnée pour l'acidité titrable à l'Article 1 et en 9.2 s'applique au lait de bovin. Il est possible que les valeurs limites pour le lait de brebis et de chèvre soient plus élevées.

## 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 (y compris les éventuels amendements) s'applique.

ISO 3696, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai*

ISO 6091, *Lait sec — Détermination de l'acidité titrable (Méthode de référence)*<sup>1)</sup>

## 3 Termes et définitions

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

### 3.1

#### point de congélation du lait

valeur de température obtenue selon la méthode spécifiée dans la présente Norme internationale

NOTE Le point de congélation est exprimé en millidegrés Celsius.

1) Équivalent à la FIL 86.

## 4 Principe

Un échantillon pour essai de lait est surfondu à une température appropriée. La cristallisation est induite par un procédé permettant un dégagement instantané de chaleur s'accompagnant d'un réchauffement de l'échantillon jusqu'à un plateau de température. Le plateau est atteint lorsque l'augmentation de la température n'a pas dépassé 0,5 m°C pendant les dernières 20 s. La température ainsi atteinte correspond au point de congélation de l'échantillon pour essai.

L'instrument est étalonné de manière à obtenir les lectures correctes pour deux solutions étalons de chlorure de sodium, selon le même mode opératoire que pour les prises d'essais de lait.

## 5 Réactifs

Au cours de l'analyse, sauf indication contraire, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue.

**5.1 Eau**, de qualité 2 conformément à l'ISO 3696 ou de qualité équivalente distillée dans un appareil en verre borosilicaté.

Faire bouillir l'eau et la refroidir à  $20\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$  peu de temps avant utilisation.

**5.2 Chlorure de sodium** (NaCl), broyé finement, séché préalablement dans le four électrique (6.7) à  $300\text{ °C} \pm 25\text{ °C}$  pendant 5 h ou séché dans l'étuve (6.8) à  $130\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$  pendant au moins 24 h puis refroidi à la température ambiante dans un dessiccateur (6.9).

**5.3 Solutions étalons de chlorure de sodium.**

De préférence, préparer la solution étalon de chlorure de sodium en grammes par kilogramme (voir Tableau 1, colonne de gauche) en pesant à 0,1 mg près la quantité requise de chlorure de sodium préalablement séché (5.2). Le dissoudre dans  $1\,000\text{ g} \pm 0,1\text{ g}$  d'eau (5.1). Conserver les solutions étalons préparées à environ 5 °C, dans des bouteilles en polyéthylène (6.10) bien bouchées et d'une capacité maximale de 250 ml.

Sinon, peser à 0,1 mg près, dans un sabot de pesée (6.5), la quantité appropriée (voir Tableau 1, colonne du milieu) de chlorure de sodium préalablement séché (5.2). Le dissoudre dans de l'eau (5.1) et le transvaser quantitativement dans une fiole jaugée (6.6) de 1 000 ml. Ajuster à 1 000 ml avec de l'eau (5.1) à  $20\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$  et mélanger.

Tableau 1 — Point de congélation des solutions étalons de chlorure de sodium

Solution de NaCl g/kg	Solution de NaCl à 20 °C g/l	Point de congélation m°C
6,763	6,731	-400,0
6,901	6,868	-408,0
7,625	7,587	-450,0
8,489	8,444	-500,0
8,662	8,615	-510,0
8,697	8,650	-512,0
8,835	8,787	-520,0
9,008	8,959	-530,0
9,181	9,130	-540,0
9,354	9,302	-550,0
9,475	9,422	-557,0
10,220	10,161	-600,0



Avant d'utiliser une solution étalon, retourner et agiter doucement et plusieurs fois la bouteille afin de mélanger soigneusement son contenu.

Ne jamais agiter violemment une solution étalon pour ne pas incorporer d'air. Verser directement les échantillons de solutions étalons à partir des bouteilles; ne jamais utiliser de pipettes pour cette opération. Ne pas utiliser de solutions étalons vieilles de plus de deux mois, contenant des moisissures visibles ou provenant de bouteilles aux trois quarts vides.

Pour cette méthode de référence, utiliser exclusivement des solutions étalons de chlorure de sodium sans conservateur. Pour des méthodes de routine, des solutions étalons de chlorure de sodium contenant un agent fongicide ou fongistatique peuvent être utilisées. Pour plus d'indications, voir l'Annexe C.

## 6 Appareillage

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

**6.1 Cryoscope**, constitué d'un dispositif de refroidissement à régulation thermostatique, d'une sonde à thermistance avec un circuit associé, d'un appareil de lecture, d'un agitateur et d'un dispositif de cristallisation (voir Figure 1).

### 6.1.1 Bain de réfrigération.

Plusieurs types de dispositif de refroidissement à régulation thermostatique peuvent être utilisés, par exemple:

- type à immersion: avec bain de refroidissement de capacité tampon adaptée;
- type à circulation: avec liquide de refroidissement circulant en continu autour du tube à échantillon;
- type bloc de refroidissement: bloc de refroidissement avec une faible quantité de liquide de refroidissement.

Une fois que la congélation a démarré, maintenir constante la température du liquide de refroidissement autour du tube à  $-7,0\text{ °C} \pm 0,5\text{ °C}$ .

NOTE Une solution aqueuse à 33 % (en fraction volumique) de propylène glycol convient comme liquide de refroidissement.

### 6.1.2 Appareil de mesure avec circuit connexe et dispositif de lecture.

La thermistance doit être de type sonde en verre, d'un diamètre de  $1,60\text{ mm} \pm 0,4\text{ mm}$  et avec une résistance électrique comprise entre  $3\ \Omega$  et  $30\text{ k}\Omega$  à  $0\text{ °C}$ .

Le type et les dimensions du matériau de la tige (y compris avec un éventuel élément de remplissage) ne doivent pas permettre, dans les conditions de fonctionnement, un transfert de chaleur supérieur à  $2,5 \times 10^{-3}\text{ J/s}$  dans l'échantillon.

Quand la sonde est en position de mesurage dans le cryoscope, la bille de la thermistance doit se trouver dans l'axe du tube à échantillon et à distances égales des parois intérieures et du fond intérieur du tube (voir Figure 1).

La mobilité de la thermistance et du circuit connexe doit permettre le mesurage d'une variation d'au moins  $1\text{ m}^{\circ}\text{C}$  dans une gamme de température comprise entre  $-400\text{ m}^{\circ}\text{C}$  et  $-600\text{ m}^{\circ}\text{C}$ .

Lorsque l'instrument est correctement utilisé, la linéarité du circuit doit être telle qu'aucune erreur supérieure à  $1\text{ m}^{\circ}\text{C}$  n'est introduite en tout point de la gamme comprise entre  $-400\text{ m}^{\circ}\text{C}$  et  $-600\text{ m}^{\circ}\text{C}$ .

La mobilité du dispositif de lecture doit permettre de relever une variation d'au moins  $1\text{ m}^{\circ}\text{C}$  sur une gamme comprise au moins entre  $0\text{ m}^{\circ}\text{C}$  et  $-1\ 000\text{ m}^{\circ}\text{C}$ .

**6.1.3 Agitateur**, barreau inerte vis-à-vis du lait, pour agiter la prise d'essai pendant le refroidissement.

L'agitateur doit être réglable en amplitude et doit être installé verticalement, conformément aux instructions du fabricant. Le barreau doit vibrer latéralement avec une amplitude de 2 mm à 3 mm pour permettre à la température de la prise d'essai de rester uniforme pendant le refroidissement. À aucun moment durant son fonctionnement normal le barreau ne doit toucher la sonde en verre ou la paroi du tube.

**6.1.4 Appareil permettant de démarrer la congélation**, tout appareil qui permet de démarrer instantanément la congélation de la prise d'essai lorsque celle-ci atteint  $-3,0\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

L'agitateur (6.1.3) peut être utilisé à cet effet. Une méthode consiste à augmenter l'amplitude de vibration pendant 1 s à 2 s de sorte que l'agitateur touche la paroi du tube à échantillon (6.2).

**6.2 Tubes à échantillon**, symétriques en verre borosilicaté, de  $50,5\text{ mm} \pm 0,2\text{ mm}$  de longueur, de  $16,0\text{ mm} \pm 0,2\text{ mm}$  de diamètre extérieur et de  $13,7\text{ mm} \pm 0,3\text{ mm}$  de diamètre intérieur (voir Figure 1).

L'épaisseur de la paroi du tube ne doit en aucun point varier de plus de 0,1 mm.

Les tubes doivent être de forme identique de sorte que, pour un même volume de la même solution, un même point de congélation soit obtenu. Avant de les utiliser, vérifier que les tubes sont identiques.

**6.3 Alimentation électrique**, répondant aux spécifications du fabricant.

**6.4 Balance analytique**, capable de peser à 0,1 mg près.

**6.5 Sabot de pesée.**

**6.6 Fioles jaugées à un trait**, de 1 000 ml de capacité, ISO 1042 | classe A.

**6.7 Four électrique**, pouvant être maintenu à  $300\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ ; ou

**6.8 Étuve**, pouvant être maintenue à  $130\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

**6.9 Dessiccateur**, contenant du gel de silice avec indicateur d'hygrométrie.

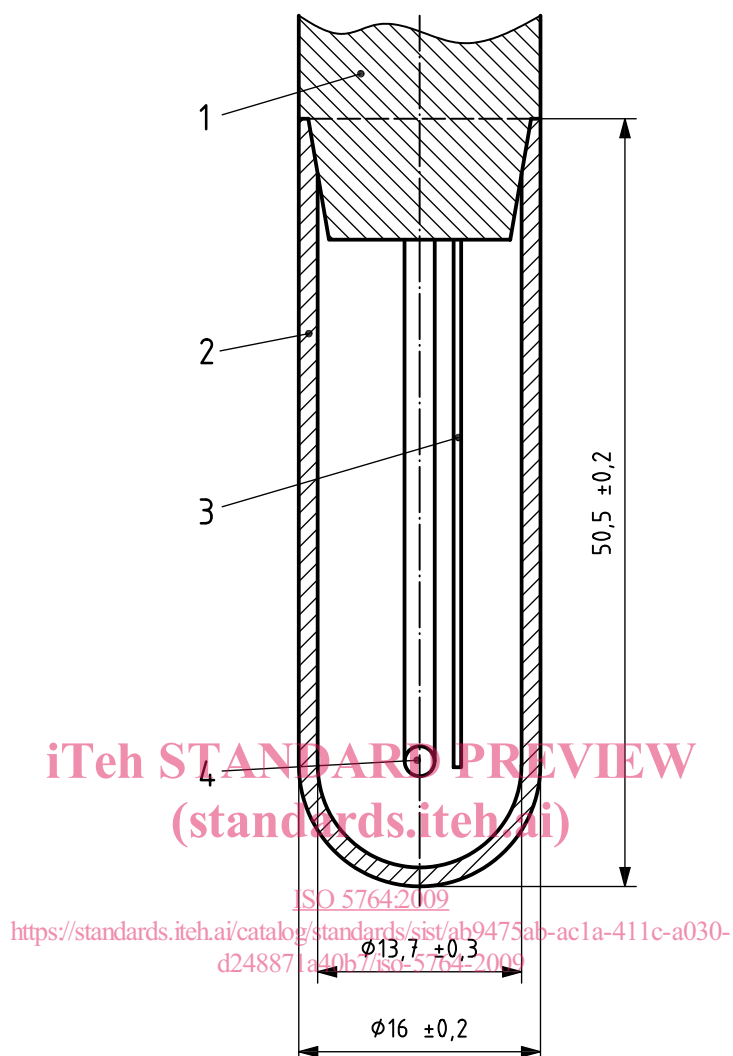
**6.10 Flacons en polyéthylène**, d'une capacité maximale de 250 ml, avec un bouchon adapté.

## 7 Échantillonnage

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 | FIL 50<sup>[1]</sup>.

Il est important que le laboratoire reçoive un échantillon réellement représentatif, qui n'a été ni endommagé, ni modifié pendant le transport ou le stockage.

De préférence, soumettre à essai les échantillons immédiatement à l'arrivée au laboratoire. À condition qu'il reste représentatif, un échantillon de lait cru pour essai peut être conservé à une température comprise entre  $0\text{ }^{\circ}\text{C}$  et  $6\text{ }^{\circ}\text{C}$ , jusqu'à 48 h après échantillonnage. S'il s'agit d'un échantillon pour essai de lait traité, respecter sa durée de conservation.



**Légende**

- 1 mandrin
- 2 tube à échantillon
- 3 agitateur
- 4 bille en verre de la thermistance

**Figure 1 — Détails d'un tube à échantillon, d'une sonde à thermistance et d'un agitateur**

**8 Étalonnage du cryoscope à thermistance**

S'assurer que le cryoscope (6.1) est en état de marche conformément aux instructions du fabricant. Vérifier la position de la sonde, l'amplitude des vibrations de l'agitateur et la température du dispositif de refroidissement (6.1.1).

Choisir deux solutions étalons de chlorure de sodium (voir Tableau 1) qui encadrent étroitement la valeur du point de congélation attendu pour le lait soumis à essai. La différence entre les points de congélation des deux solutions étalons de chlorure de sodium choisies ne doit pas être inférieure à 100 m°C. Veiller à ce que la température des solutions étalons de chlorure de sodium choisies et celle des échantillons pour essai soient similaires.