NORME INTERNATIONALE

ISO 8070

FIL 119

Deuxième édition
2007-08-15

Lait et produits laitiers — Détermination des teneurs en calcium, sodium, potassium et magnésium — Méthode spectrométrique par absorption atomique

Milk and milk products — Determination of calcium, sodium, potassium and magnesium contents — Atomic absorption spectrometric method

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 8070:2007
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/08cb9407-eac2-4e0e-a810-bea8618e681d/iso-8070-2007

Numéros de référence
ISO 8070:2007(F)
FIL 119:2007(F)

© ISO et FIL 2007

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 8070:2007
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/08cb9407-eac2-4e0e-a810-bea8618e681d/iso-8070-2007

DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO et FIL 2007

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 ... 2

6 Appareillage ... 3

7 Échantillonnage ... 4

8 Préparation de l'échantillon pour essai ... 4
8.1 Lait et lactosérum ... 4
8.2 Babeurre ... 4
8.3 Yogourt ... 4
8.4 Crème ... 4
8.5 Lait en poudre ... 4
8.6 Beurre ... 4
8.7 Fromage ... 5
8.8 Caséines et caséinates ... 5

9 Mode opératoire ... 5
9.1 Prise d'essai ... 5
9.2 Minéralisation de la matière organique ... 6
9.3 Détermination ... 7

10 Calcul et expression des résultats ... 9
10.1 Calcul ... 9
10.2 Expression des résultats d'essai ... 9

11 Fidélité ... 9
11.1 Répétabilité ... 10
11.2 Reproductibilité ... 10

12 Rapport d'essai ... 10

Annexe A (informative) **Essais interlaboratoires** ... 12

Bibliographie ... 15

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 8070:2007
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/08cb9407-eac2-4e0c-a810-bca8618cc81d/iso-8070-2007

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 8070|FIL 119 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 deuxième édition de l'ISO 8070|FIL 119 annule et remplace la première édition (ISO 8070:1987), qui a fait l'objet d'une révision technique.

ISO 8070:2007
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/08cb9407-eac2-4e0e-a810-bea8618e681d/iso-8070-2007

© ISO et FIL 2007 – Tous droits réservés

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 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 8070|FIL 119 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 du Comité permanent chargé de *Composants mineurs*, du Comité représentatif sur les *Composants mineurs et caractérisation des propriétés physiques* sous l'égide de ses chefs de projet, Monsieur L. Noël (FR) et Monsieur M. Carl (DE).

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Cette édition de l'ISO 8070|FIL 119 annule et remplace la FIL 119A:1987 et la FIL 154:1992, qui ont fait l'objet d'une révision technique.

ISO 8070:2007
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/08cb9407-eac2-4e0e-a810-bea8618e681d/iso-8070-2007

© ISO et FIL 2007 – Tous droits réservés

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 8070:2007
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/08cb9407-eac2-4e0e-a810-bea8618e681d/iso-8070-2007

Lait et produits laitiers — Détermination des teneurs en calcium, sodium, potassium et magnésium — Méthode spectrométrique par absorption atomique

1 Domaine d'application

Le présente Norme internationale spécifie une méthode par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme pour déterminer des teneurs en calcium, sodium, potassium et magnésium dans le lait et les produits laitiers.

Cette méthode s'applique au lait et lactosérum, au babeurre, au yogourt, à la crème, au lait en poudre, au beurre, au fromage, à la caséine et au caséinate.

2 Références normatives

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

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

ISO 8070:2007
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/08cb9407-eac2-4e0e-a810-bea8618e981d/iso-8070-2007

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

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

3 Termes et définitions

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

3.1
teneurs en calcium, sodium, potassium, magnésium
fraction massique de substances déterminée selon le mode opératoire décrit dans la présente Norme internationale

NOTE Les teneurs sont exprimées en milligrammes par gramme.

4 Principe

La matière organique est minéralisée par incinération par voie sèche ou par voie humide, avec de l'acide nitrique, soit dans un micro-ondes ouvert équipé d'un système de digestion humide ou dans un micro-ondes pressurisé équipé d'un système de digestion humide ou encore dans un récipient en polytétrafluoroéthylène (PTFE) pour minéralisation pressurisé ou dans tout appareil approprié pour la digestion par voie humide. Les cendres contenant du calcium, sodium, potassium et magnésium sont dissoutes dans une solution d'acide nitrique pour l'incinération par voie sèche ou les produits de la minéralisation sont dilués dans le cas de la minéralisation par voie humide. Des solutions d'essais et étalons sont vaporisés dans la flamme aéroacétylénique d'un spectromètre à absorption atomique et leur absorption est mesurée aux longueurs d'onde appropriées.

© ISO et FIL 2007 – Tous droits réservés

5 Réactifs

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau de qualité 2 conforme à l'ISO 3696, sauf spécification contraire.

PRÉCAUTIONS DE SÉCURITÉ — Il convient, lors de la manipulation des acides, que les opérateurs protègent leurs mains et leurs yeux. La manipulation des acides doit être effectuée sous une hotte appropriée.

5.1 Acide nitrique (HNO_3), concentré, ayant une fraction massique de 65 %.

5.2 Solution d'acide nitrique (HNO_3), ayant une fraction volumique de 25 %.

Diluer 25 ml de solution d'acide nitrique (5.1) avec de l'eau jusqu'à 100 ml et mélanger.

5.3 Solution de chlorure de lanthane, avec $c(LaCl_3,7H_2O) = 27$ g/l.

Dissoudre 27 g de solution de chlorure de lanthane heptahydraté ($LaCl_3,7H_2O$) dans un volume d'eau. Diluer jusqu'à un litre et mélanger.

5.4 Solution mère d'ions calcium.

Solution disponible dans le commerce ou équivalent correspondant à $c(Ca^{2+}) = 1$ g/l.

5.5 Solution mère d'ions sodium.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Solution disponible dans le commerce ou équivalent correspondant à $c(Na^+) = 1$ g/l.

5.6 Solution mère d'ions potassium.

ISO 8070:2007
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/08cb9407-eac2-4e0e-a810-

Solution disponible dans le commerce ou équivalent correspondant à $c(K^+) = 1$ g/l.

5.7 Solution mère d'ions magnésium.

Solution disponible dans le commerce ou équivalent correspondant à $c(Mg^{2+}) = 1$ g/l.

5.8 Solution étalon de travail, contenant 100 mg/l d'ions calcium, 20 mg/l d'ions sodium, 20 mg/l d'ions potassium et 10 mg/l d'ions magnésium.

Introduire à l'aide d'une pipette, 10 ml de solution mère d'ions calcium (5.4), 2 ml de solution mère d'ions sodium (5.5), 2 ml de solution mère d'ions potassium (5.6) et 1 ml de solution mère d'ions magnésium (5.7) dans une fiole jaugée à un trait de 100 ml (6.3) et mélanger. Ajouter 5 ml de solution d'acide nitrique (5.2). Diluer jusqu'au trait de 100 ml avec de l'eau et mélanger à nouveau.

Conserver la solution étalon de travail dans une bouteille en PE-HD (6.7), afin d'éviter toute contamination.

5.9 Éther de pétrole, dont le point d'ébullition est compris entre 40 °C et 60 °C.

Distiller, le cas échéant, l'éther de pétrole dans une unité de distillation exempte de toute contamination.

5.10 Peroxyde d'hydrogène (H_2O_2), ayant une fraction volumique de 30 %.

© ISO et FIL 2007 – Tous droits réservés

6 Appareillage

6.1 Généralités

Conserver la verrerie nettoyée dans une solution d'acide nitrique ayant une fraction massique d'environ 10 %. Nettoyer soigneusement toute la verrerie ainsi que les récipients en plastique dans l'acide nitrique à 10 % et la conserver dans cette solution pendant au moins 6 h. Avant d'utiliser la verrerie et les récipients en plastique, les rincer trois fois avec de l'eau bidistillée et laisser sécher.

Conserver la verrerie et les récipients en plastique nettoyés bien à l'abri de la poussière, afin d'être sûr qu'au moment de leur utilisation ils n'aient pas été souillés.

Utiliser l'appareillage courant de laboratoire et, en particulier, ce qui suit.

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

6.3 Fioles jaugées à un trait, capacités de 20 ml, 50 ml, 100 ml, 250 ml et 1 000 ml, conformes aux exigences de l'ISO 1042.

6.4 Pipettes à un trait, capacités de 1 ml, 2 ml, 5 ml et 10 ml, conformes aux exigences de l'ISO 648.

6.5 Micropipette, capacité ajustée entre 1 ml et 5 ml, avec embouts de pipette en plastique.

6.6 Éprouvette graduée, capacité de 10 ml.

iTeh STANDARD PREVIEW

6.7 Bouteilles en polyéthylène haute densité (PE-HD), pouvant stocker les solutions étalons et d'échantillons.

(standards.iteh.ai)

6.8 Creusets de silice, capacité comprise entre 25 ml et 50 ml.

ISO 8070:2007
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/...-8070-2007

6.9 Four programmable, pouvant atteindre une température minimale de 550 °C ± 25 °C et pouvant être programmé avec un taux d'échauffement de 50 °C/h.

6.10 Système de minéralisation par voie humide équipé d'un four à micro-ondes ouvert, ayant une puissance de 200 W, des récipients appropriés d'une capacité de 50 ml et un système de refroidissement adapté.

6.11 Système de minéralisation par voie humide équipé d'un four à micro-ondes pressurisé, ayant une puissance comprise entre 0 W et 1 000 W réglable par l'opérateur, muni de régulateurs de pression et de température, et d'un dispositif de refroidissement, équipé de récipients appropriés d'une capacité de 50 ml, du type disponible dans le commerce ou équivalent.

6.12 Récipients pour la minéralisation, en acier inoxydable, dont l'intérieur est en PTFE, d'une capacité de 23 ml, avec bouchon à vis (récipient par voie humide pressurisé, en PTFE), du type disponible dans le commerce ou équivalent.

6.13 Four, pouvant atteindre une température de 150 °C (pour les bombes à minéralisation).

6.14 Spectromètre à absorption atomique dans la flamme, muni d'un brûleur aéroacétylénique, permettant d'effectuer des mesurages à différentes longueurs d'onde: 422,7 nm pour le calcium, 589,6 nm pour le sodium, 766,5 nm pour le potassium et 285,2 nm pour la détermination de la teneur en magnésium; équipé de lampes à cathode creuse de type élément simple ou élément combiné.

6.15 Bains d'eau, pouvant maintenir une température de 20 °C ± 2 °C, à 40 °C ± 1 °C, à 45 °C ± 1 °C, et à 65 °C ± 1 °C.

6.16 Centrifugeuse, pouvant produire une accélération radiale de 2 500g, avec des tubes d'une capacité minimale de 150 ml.

© ISO et FIL 2007 – Tous droits réservés

6.17 Broyeur adapté.

6.18 Tamis, exempt de souillures, avec une ouverture de maille nominale de 0,5 mm.

7 Échantillonnage

Il convient que le laboratoire ait reçu un échantillon réellement représentatif. Il convient qu'il n'ait été ni endommagé, ni modifié lors du transport ou du stockage.

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.

Conserver les échantillons d'essai de sorte à éviter toute détérioration et modification de leur composition.

8 Préparation de l'échantillon pour essai

Éviter toute contamination de l'échantillon pour essai.

8.1 Lait et lactosérum

Placer l'échantillon d'essai dans un bain d'eau (6.15) à 20 °C et mélanger soigneusement. S'agissant de lait, si la graisse n'est pas répartie de façon homogène, chauffer doucement l'échantillon pour essai dans un bain d'eau (6.15) à 40 °C. Mélanger doucement seulement en retournant le récipient. Une fois l'échantillon soigneusement mélangé, refroidir rapidement une nouvelle fois dans le bain d'eau (6.15) à 20 °C.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

8.2 Babeurre

ISO 8070:2007
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/...

Retirer, le cas échéant, les granules présentes dans le beurre. Immédiatement avant la pesée (9.1.1.1 ou 9.1.2.1), placer l'échantillon d'essai dans un bain d'eau (6.15) à 20 °C et mélanger soigneusement.

8.3 Yogourt

Placer l'échantillon d'essai dans un bain d'eau (6.15) à 20 °C et mélanger soigneusement. Si le sérum se sépare, mélanger vigoureusement l'échantillon immédiatement avant la pesée (9.1.1.1 ou 9.1.2.1).

8.4 Crème

Placer l'échantillon d'essai dans un bain d'eau (6.15) à 20 °C. Mélanger ou agiter vigoureusement, mais sans faire de mousse ou battre la crème. Si la crème est très épaisse, ou si la répartition de la graisse n'est pas homogène, chauffer doucement dans un bain d'eau (6.15) à 40 °C pour faciliter le mélange. Refroidir rapidement l'échantillon d'essai dans un bain d'eau (6.15) à 20 °C.

NOTE Les résultats ne sont fiables que si l'échantillon pour essai est suffisamment bien mélangé ou s'il présente des signes que sa transformation en beurre est amorcée, ou révèle tout autre signe anormal.

8.5 Lait en poudre

Verser l'échantillon pour essai dans un récipient d'une capacité environ deux fois supérieure au volume de l'échantillon et muni d'un couvercle hermétique. Fermer immédiatement le récipient. Mélanger soigneusement le lait en poudre en agitant de manière répétée et en renversant le récipient.

8.6 Beurre

En raison de leur possible répartition hétérogène dans le beurre, les ions sont déterminés dans le sérum.

© ISO et FIL 2007 – Tous droits réservés

NOTE La teneur en ions dans la fraction correspondant aux matières grasses, obtenue à partir du beurre comme décrit auparavant, est négligeable par comparaison aux teneurs dans le sérum et peut donc être ignorée.

Peser, à 100 mg près, 100 g d'échantillon pour essai dans un tube de centrifugation sec (6.16), pour lequel la masse a été préalablement déterminée. Placer le tube dans un bain d'eau (6.15) à 45 °C. Dès que le beurre est fondu, centrifuger le tube avec une accélération radiale de 2 500g.

Retirer au maximum la couche de matières grasses limpide du tube à l'aide d'une pipette. Ajouter 10 ml d'éther de pétrole (5.9) pour diluer la couche de matières grasses restante et aspirer ce mélange à l'aide d'une pipette. Répéter deux fois cette manipulation (ajout d'éther de pétrole et retrait du mélange obtenu).

Retirer le résidu d'éther de pétrole en chauffant le tube dans un bain d'eau (6.15) à 65°C. Refroidir dans un bain d'eau (6.15) réglé à l'avance à 20 °C. Sécher l'extérieur du tube avec un mouchoir en papier propre. Peser le tube et son contenu avec une précision de l'ordre de 100 mg. Mélanger soigneusement avant la pesée de l'échantillon pour essai (9.1.1.1 ou 9.1.2.1).

NOTE Le beurre peut aussi être digéré directement si on utilise l'incinération par voie sèche ou un micro-ondes pressurisé équipé d'un système de digestion humide, dans lequel le beurre est chauffé à 30 °C, homogénéisé après une agitation minutieuse et une prise d'essai prélevée directement.

8.7 Fromage

Enlever la croûte, la morge ou la surface moisie du fromage de manière à obtenir un échantillon représentatif du fromage tel qu'il est habituellement consommé. Broyer l'échantillon d'essai avec un dispositif approprié (6.17). Mélanger rapidement l'ensemble de la masse et broyer à nouveau rapidement.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Si l'échantillon d'essai (par exemple les fromages à pâte molle) ne peut être broyé, mélanger soigneusement l'ensemble de l'échantillon. Verser immédiatement l'échantillon prétraité, ou une portion représentative d'échantillon, dans un récipient muni d'un couvercle hermétique.

ISO 8070:2007
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/08cb9407-eac7-4e0e-a810-bea8618e681d/iso-8070-2007

Analyser l'échantillon d'essai dès que le broyage est terminé. L'examen ne doit pas porter sur des fromages broyés présentant une moisissure anormale ou en phase de détérioration.

8.8 Caséines et caséinates

8.8.1 Si la majorité de l'échantillon d'essai est assez fine pour passer au travers du tamis (6.18), aucun broyage n'est nécessaire. Verser 50 g de l'échantillon d'essai tamisé dans un récipient d'une capacité environ deux fois supérieure au volume d'échantillon et muni d'un couvercle hermétique.

Fermer immédiatement le récipient. Mélanger l'échantillon d'essai soigneusement en agitant de manière répétée et en retournant le récipient.

8.8.2 Si la plus grande part de l'échantillon d'essai est refusée au tamis parce que trop épaisse (6.18), broyer environ 50 g de l'échantillon d'essai jusqu'à ce que la plupart de l'échantillon passe au travers du tamis. Verser tous les échantillons d'essai tamisés dans un récipient. Poursuivre le mode opératoire comme indiqué en 8.8.1.

9 Mode opératoire

9.1 Prise d'essai

NOTE Si la satisfaction aux exigences de répétabilité doit être vérifiée, effectuer deux déterminations individuelles dans des conditions de répétabilité.

© ISO et FIL 2007 – Tous droits réservés