
**Fromages et fromages fondus —
Détermination des fractions azotées**

*Cheese and processed cheese — Determination of the nitrogenous
fractions*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 27871:2011](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/99909ae4-cd7b-4dd8-b388-817052cb9c5a/iso-27871-2011)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/99909ae4-cd7b-4dd8-b388-817052cb9c5a/iso-27871-2011>



Numéros de référence
ISO 27871:2011(F)
FIL 224:2011(F)

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/99909ae4-cd7b-4dd8-b388-817052cb9c5a/iso-27871-2011>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO et FIL 2011

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 du Lait
Silver Building • Boulevard Auguste Reyers 70/B • 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 27871|FIL 224 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits alimentaires*, sous-comité SC 5, *Lait et produits laitiers*, et la Fédération Internationale du Lait (FIL). Elle est publiée conjointement par l'ISO et la FIL.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/99909ae4-cd7b-4dd8-b388-817052cb9c5a/iso-27871-2011>

Avant-propos

La **FIL (Fédération Internationale du Lait)** 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.

La tâche principale des Comités permanents est d'élaborer les Normes internationales. Les projets de Normes internationales adoptés par les Comités permanents sont soumis aux Comités nationaux pour approbation avant publication en tant que Norme internationale. La publication comme Norme internationale 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 27871|FIL 224 a été élaborée par la Fédération Internationale du Lait (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

L'ensemble des travaux a été confié au groupe de projet ISO-FIL, *Fractions azotées*, du Comité permanent chargé des *Méthodes analytiques des principaux composants du lait*, sous la conduite de son chef de projet, Mr. P. Trossat (FR).

[ISO 27871:2011](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/99909ae4-cd7b-4dd8-b388-817052cb9c5a/iso-27871-2011)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/99909ae4-cd7b-4dd8-b388-817052cb9c5a/iso-27871-2011>

Fromages et fromages fondus — Détermination des fractions azotées

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination des fractions azotées des fromages et fromages fondus provenant au lait de vache.

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 8968-1 | FIL 20-1, *Lait — Détermination de la teneur en azote — Partie 1: Méthode Kjeldahl*

ISO 8968-2 | FIL 20-2, *Lait — Détermination de la teneur en azote — Partie 2: Méthode de minéralisation en bloc (Méthode macro)*

[ISO 27871:2011](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/99909ae4-cd7b-4dd8-b388-817052cb9c5a/iso-27871-2011)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/99909ae4-cd7b-4dd8-b388-817052cb9c5a/iso-27871-2011>

3 Termes abrégés

TN	fraction massique d'azote total	g(N)/100 g
SN	fraction massique d'azote soluble	g(N)/100 g
TCA-SN	teneur en azote soluble dans l'acide trichloroacétique	g(N)/100 g
PTA-SN	teneur en azote soluble dans l'acide phosphotungstique	g(N)/100 g

4 Principe

Les fractions sont obtenues après élimination par précipitation des insolubles dans un milieu à pH 4,4 (SN) ou dans l'acide trichloroacétique à 12 % (TCA-SN) ou dans l'acide phosphotungstique à 5 % (PTA-SN). La teneur en azote dans chaque fraction est déterminée dans les filtrats ainsi obtenus conformément aux modes opératoires spécifiés dans l'ISO 8968-1 | FIL 20-1 ou l'ISO 8968-2 | FIL 20-2.

5 Réactifs

Sauf spécification contraire, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue.

5.1 Eau, ISO 3696^[4], qualité 3 ou pureté équivalente.

5.2 Solution de citrate trisodique dihydraté, $c(\text{C}_6\text{H}_5\text{Na}_3\text{O}_7, 2 \text{H}_2\text{O}) = 0,5 \text{ mol/l}$.

Peser 147,05 g de citrate trisodique dihydraté dans une fiole jaugée de 1 000 ml (6.8). Agiter pour dissoudre. Ajuster au trait avec de l'eau et mélanger à nouveau.

5.3 Solution d'acide chlorhydrique (HCl), $c(\text{HCl}) = 1 \text{ mol/l}$.

5.4 Solution d'acide trichloroacétique ($\text{C}_2\text{HCl}_3\text{O}_2$) (TCA), avec une fraction masse-volume de 24 % de TCA.

5.5 Solution d'acide phosphotungstique ($\text{H}_3\text{PW}_{12}\text{O}_{40}, x \text{H}_2\text{O}$) (PTA), avec une fraction masse-volume de 25 % de PTA.

5.6 Solution d'acide sulfurique (H_2SO_4), avec une fraction massique de 25 % de H_2SO_4 ($\rho_{20} \approx 1,84 \text{ g/ml}$).

Préparer la solution d'acide sulfurique en ajoutant et en mélangeant avec précaution 260 g de H_2SO_4 à 98 % et 740 g d'eau. Utiliser la solution ainsi obtenue pour le dosage de l'azote.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

6 Appareillage

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

6.1 Broyeur ou râpe approprié(e) facile à nettoyer pour la préparation de l'échantillon pour essai.

6.2 Balance analytique, permettant de peser à 1 mg près et ayant une lisibilité de 0,1 mg.

6.3 Mélangeur et homogénéisateur [par exemple Ultraturrax type T25¹⁾], équipé d'une tige permettant d'obtenir une suspension de 10 μm à 50 μm .

6.4 Bêchers, de capacité 250 ml.

6.5 Éprouvettes graduées, de capacités 50 ml, 100 ml et 200 ml, ISO 4788^[5], classe A.

6.6 Bain d'eau, permettant de maintenir une température de $45 \text{ °C} \pm 5 \text{ °C}$.

6.7 Agitateurs magnétiques, équipés de barreaux aimantés (facultatif).

6.8 Fioles jaugées à un trait, de capacités 100 ml et 200 ml, ISO 1042^[3], classe A.

6.9 Pipettes graduées, de capacités 15 ml, 20 ml et 50 ml, ISO 835^[2], classe A.

6.10 pH-mètre, précis à 0,01 unité pH.

6.11 Entonnoirs en verre.

6.12 Filtres, de porosité 8 μm [par exemple Whatmann 40²⁾].

1) Ultraturrax type T25 est un exemple de produit approprié disponible sur le marché. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs du présent document et ne signifie nullement que l'ISO ou la FIL approuvent ou recommandent l'emploi exclusif du produit ainsi désigné.

7 Échantillonnage

Il convient que le laboratoire reçoive un échantillon représentatif qui n'ait pas été endommagé ou modifié pendant le transport ou le 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^[1].

8 Mode opératoire

8.1 Préparation de l'échantillon pour essai

Avant de procéder à l'analyse, retirer la croûte, la morge ou la moisissure de surface du fromage de manière à obtenir un échantillon pour essai représentatif du fromage tel qu'il est habituellement consommé. Broyer ou râper l'échantillon pour essai à l'aide d'un dispositif approprié (6.1). Mélanger la masse broyée rapidement.

Si nécessaire, par exemple s'il s'agit de fromage à pâte demi-dure ou dure, broyer le mélange une deuxième fois et mélanger soigneusement. Il est préférable de couper le fromage à pâte dure ou demi-dure en cubes d'environ 15 mm de côté. Broyer ou râper l'échantillon pour essai comme décrit précédemment. Nettoyer l'appareil après chaque préparation d'échantillon. Si l'échantillon pour essai ne peut pas être broyé ou râpé, le mélanger soigneusement par pétrissage intensif, par exemple à l'aide d'un pilon dans un mortier. Éviter toute perte d'humidité. Conserver l'échantillon pour essai préparé dans un récipient étanche à l'air jusqu'au début de l'analyse. Il est cependant préférable d'analyser les échantillons dès que possible après le broyage.

Si un temps de latence est inévitable, prendre toutes précautions utiles pour garantir la bonne conservation de l'échantillon pour essai.

Si l'échantillon pour essai a été conservé au réfrigérateur, l'amener à température ambiante. Mélanger soigneusement l'échantillon (pour prévenir le phénomène bien connu de transfert d'humidité dans le fromage, qui se produit durant le refroidissement ou le réchauffement). S'assurer que la condensation éventuellement présente sur la surface intérieure du récipient est entièrement et uniformément réincorporée dans l'échantillon pour essai. Ne pas examiner de fromage broyé présentant des moisissures indésirables ou des signes de détérioration.

8.2 Dosage des différentes fractions

8.2.1 Azote total (TN)

Prélever une prise d'essai de fromage broyé (8.1), selon la teneur en azote présumée du fromage afin d'obtenir 0,025 g d'azote par tube de minéralisation. Déterminer la teneur en azote total conformément au mode opératoire spécifié dans l'ISO 8968-1|FIL 20-1 ou l'ISO 8968-2|FIL 20-2.

8.2.2 Préparation de la solution citratée de fromage

Dans un bécher de 250 ml, peser à 1 mg près, environ 20 g de fromage broyé (8.1). À l'aide d'une éprouvette graduée, ajouter 100 ml de solution de citrate (5.2) et homogénéiser. Placer le mélange dans le bain d'eau (6.6) maintenu à 45 °C pendant 15 min en agitant régulièrement (manuellement ou sous agitation magnétique). En cas d'utilisation d'un barreau aimanté (6.7), prendre soin de rincer ce dernier pour éviter les pertes.

2) Exemple de produit approprié disponible sur le marché. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs du présent document 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.

À l'aide du mélangeur et homogénéisateur (6.3), broyer jusqu'à obtention d'une suspension homogène. Rincer la tige du mélangeur et homogénéisateur avec de l'eau tout en récupérant les eaux de rinçage dans le bécher.

Placer le mélange obtenu dans le bain d'eau (6.6) maintenu à 45 °C jusqu'à dissolution complète, sans excéder une durée totale de 1 h. En cas de persistance de petits fragments non dissous, broyer à nouveau le mélange à l'aide du mélangeur et homogénéisateur (6.3). Rincer ensuite la tige comme précédemment spécifié en récupérant à nouveau les eaux de rinçage.

Transvaser quantitativement le contenu du bécher dans une fiole jaugée à un trait de 200 ml (6.8). Rincer le bécher en récupérant les eaux de rinçage dans la fiole. Mélanger et laisser refroidir le mélange à température ambiante. Compléter au trait avec de l'eau (5.1).

La dissolution des fromages fondus peut également s'effectuer dans l'eau (5.1).

8.2.3 Préparation de la fraction SN

À l'aide d'une pipette graduée (6.9), introduire dans un bécher 50 ml de la solution citratée de fromage obtenue en 8.2.2. Ajouter environ 11 ml de solution d'acide chlorhydrique (5.3). Vérifier le pH obtenu et l'ajuster si nécessaire à $4,4 \pm 0,05$.

Transvaser quantitativement dans une fiole jaugée à un trait de 100 ml (6.8). Compléter au trait de jauge avec de l'eau (5.1) et homogénéiser. Filtrer (6.12) la solution. À l'aide d'une pipette graduée (6.9), introduire 15 ml de filtrat dans le tube de minéralisation. Procéder à sa minéralisation et déterminer la teneur en azote soluble (SN) conformément au mode opératoire spécifié dans l'ISO 8968-1|FIL 20-1 ou l'ISO 8968-2|FIL 20-2.

8.2.4 Préparation de la fraction TCA-SN

À l'aide d'une pipette graduée (6.9), introduire 50 ml de la solution citratée de fromage obtenue en 8.2.2 dans une fiole jaugée à un trait de 100 ml (6.8). Compléter au trait de jauge avec la solution d'acide trichloroacétique à 24 % (5.4) et homogénéiser.

Filtrer (6.12) la solution. À l'aide d'une pipette graduée (6.9), introduire 20 ml de filtrat dans le tube de minéralisation. Procéder à sa minéralisation et déterminer la teneur en azote soluble dans l'acide trichloroacétique (TCA-SN) conformément au mode opératoire spécifié dans l'ISO 8968-1|FIL 20-1 ou l'ISO 8968-2|FIL 20-2.

8.2.5 Préparation de la fraction PTA-SN

À l'aide d'une pipette graduée (6.9), introduire 50 ml de la solution citratée de fromage obtenue en 8.2.2 dans une fiole jaugée à un trait de 100 ml (6.8). Ajouter 20 ml de la solution d'acide phosphotungstique à 25 % (5.5) et homogénéiser. Compléter au trait de jauge avec la solution d'acide sulfurique à 25 % (5.6).

Filtrer (6.12) la solution. À l'aide d'une pipette graduée (6.9), introduire 20 ml de filtrat dans le tube de minéralisation. Procéder à sa minéralisation et déterminer la teneur en azote soluble dans l'acide phosphotungstique (PTA-SN) conformément au mode opératoire spécifié dans l'ISO 8968-1|FIL 20-1 ou l'ISO 8968-2|FIL 20-2.

NOTE La pesée des prises d'essai de la solution de citrate et du filtrat (pour la minéralisation) est admise en 8.2.3, 8.2.4 et 8.2.5 sous la condition que les dilutions finales soient réalisées en fraction massique (au lieu de fraction volumique).

8.3 Essai à blanc

Simultanément avec la détermination de l'échantillon pour essai, effectuer un essai à blanc en utilisant le même mode opératoire que spécifié en 8.2.3 à 8.2.5, mais en omettant la prise d'essai (la solution de citrate sans fromage).

9 Calcul et expression des résultats

9.1 Calculs

Calculer l'azote soluble des différentes fractions azotées de l'échantillon pour essai, w_{SN} , en grammes d'azote par 100 g d'échantillon pour essai, à l'aide de l'équation suivante:

$$w_{\text{SN}} = \frac{1,400\ 7 (V_{\text{s}} - V_{\text{b}}) c_{\text{r}}}{f_{\text{w}}}$$

où

w_{SN} est la teneur en azote soluble, en grammes d'azote par 100 g d'échantillon pour essai, des différentes fractions azotées ($w_{\text{SN}4,4}$, $w_{\text{TCA-SN}}$, $w_{\text{PTA-SN}}$) de l'échantillon;

V_{s} est le volume, en millilitres, de l'acide chlorhydrique utilisé pour le dosage de l'échantillon;

V_{b} est le volume, en millilitres, d'acide chlorhydrique utilisé pour l'essai à blanc;

c_{r} est la valeur numérique de la concentration, en moles par litre, de la solution titrée d'acide chlorhydrique utilisée;

f_{w} est le «facteur travail» qui prend en compte la quantité de prise d'essai, les différentes dilutions et le volume de filtrat pour l'étape de minéralisation. ($f_{\text{w}} = 0,75$ pour les fractions SN; $f_{\text{w}} = 1,00$ pour les fractions TCA-SN et PTA-SN).

(standards.iteh.ai)

9.2 Expression des résultats d'essai

Exprimer les résultats d'essai avec deux décimales.

ISO 27871:2011

https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/99909ae4-cd7b-4dd8-b388-817052cb9c5a/iso-27871-2011

10 Fidélité

10.1 Essai interlaboratoires

Les limites de répétabilité et de reproductibilité sont exprimées pour un niveau de probabilité de 95 % et peuvent ne pas s'appliquer à des plages de concentrations et à des matrices autres que celles indiquées.

Les valeurs obtenues ont été établies à l'aide des résultats d'essai interlaboratoires réalisés conformément à l'ISO 5725-1^[6] et l'ISO 5725-2^[7].

10.2 Répétabilité

La différence absolue entre deux résultats d'essai individuels, obtenus à l'aide de la même méthode sur un matériau identique soumis à essai dans le même laboratoire par le même opérateur utilisant le même appareillage et dans un court intervalle de temps, ne dépassera la valeur correspondant à l'azote soluble que dans 5 % au plus des cas:

À pH 4,4: 0,053 g d'azote par 100 g d'échantillon pour essai;

TCA: 0,039 g d'azote par 100 g d'échantillon pour essai;

PTA: 0,028 g d'azote par 100 g d'échantillon pour essai.