
Caséines — Détermination des «cendres fixes» (Méthode de référence)

Caseins — Determination of “fixed ash” (Reference method)

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 5544:2008](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/be606951-6f84-40e2-8290-0b09e9889241/iso-5544-2008)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/be606951-6f84-40e2-8290-0b09e9889241/iso-5544-2008>



Numéros de référence
ISO 5544:2008(F)
FIL 89:2008(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 5544:2008](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/be606951-6f84-40e2-8290-0b09e9889241/iso-5544-2008)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/be606951-6f84-40e2-8290-0b09e9889241/iso-5544-2008>



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

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 5544|FIL 89 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 5544:2008](#)

Cette deuxième édition de l'ISO 5544|FIL 89 annule et remplace la première édition (ISO 5544:1978), dont elle constitue une révision mineure.

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 5544|FIL 89 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

L'ensemble des travaux a été effectué par l'ancien Groupe d'Experts mixte ISO-FIL-AOAC (E11-E701) qui fait maintenant partie de l'Équipe d'Action mixte ISO-FIL *Propriétés physiques et essais rhéologiques* du Comité permanent *Composants mineurs et caractérisation des propriétés physiques*.

ISO 5544:2008

Cette édition de l'ISO 5544|FIL 89 annule et remplace la FIL 89:1979, dont elle constitue une révision mineure.

<http://standards.iteh.ai/catalog/standards/sib/60857568140e282900b09e9889241/iso-5544-2008>

Caséines — Détermination des «cendres fixes» (Méthode de référence)

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de référence pour la détermination des «cendres fixes» des caséines, en pourcentage par masse, obtenues par précipitation acide ou par fermentation lactique des caséinates d'ammonium, de leurs mélanges avec de la caséine présure et avec des caséinates, et des caséines de type inconnu.

NOTE Pour la détermination des cendres des caséines présure et des caséinates (à l'exception des caséinates d'ammonium), voir l'ISO 5545|FIL 90^[2].

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 648, *Verrerie de laboratoire — Pipettes à un volume*
[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/be606951-6f84-40e2-8290-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/be606951-6f84-40e2-8290-0b09e9889241/iso-5544-2008)

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

ISO 5550|FIL 78, *Caséines et caséinates — Détermination de la teneur en humidité (Méthode de référence)*

3 Termes et définitions

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

3.1

«cendres fixes» des caséines

substances déterminées selon la méthode décrite dans la présente Norme internationale

NOTE Les «cendres fixes» des caséines sont exprimées en pourcentage en masse.

4 Principe

Incinération d'une prise d'essai à (825 ± 25) °C, en présence d'acétate de magnésium destiné à fixer la totalité du phosphore d'origine organique. Pesée du résidu obtenu et soustraction de la masse des cendres provenant de l'acétate de magnésium.

5 Réactifs

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau distillée ou déminéralisée ou de l'eau de pureté équivalente.

5.1 Acétate de magnésium tétrahydraté, $[\text{Mg}(\text{CH}_3\text{CO}_2)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$, solution à 120 g/l.

6 Appareillage

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

6.1 Balance analytique, pouvant peser à 0,000 1 g près.

6.2 Pipette à un trait, de 5 ml de capacité, selon les prescriptions de l'ISO 648, classe A.

6.3 Capsules en silice ou en platine, d'environ 70 mm de diamètre et de 25 mm à 50 mm de profondeur.

6.4 Étuve, réglable à (102 ± 2) °C.

6.5 Four électrique, à circulation d'air, pouvant être maintenu à la température de (825 ± 25) °C.

6.6 Bain d'eau, pouvant être maintenu au point d'ébullition.

6.7 Dessiccateur, garni d'un agent déshydratant efficace.

6.8 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.

6.9 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.

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|FIL 50^[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 (6.9).

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 (6.8) jusqu'à ce qu'il 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 Il est recommandé de procéder à la détermination (8.4) dès que possible après la préparation de l'échantillon pour essai.

Nettoyer le dispositif après avoir broyé chaque échantillon.

8.2 Préparation des capsules

Chauffer deux capsules (6.3) dans le four électrique (6.5) maintenu à (825 ± 25) °C, durant 30 min. Les laisser refroidir dans le dessiccateur (6.7) à la température de la salle des balances et les peser à 0,1 mg près.

8.3 Prise d'essai

Peser, à 0,1 mg près, directement ou par différence, dans l'une des capsules (désignée capsule A) ainsi préparées, environ 3,000 0 g de l'échantillon pour essai (8.1).

8.4 Détermination

Dans la capsule A, introduire, à l'aide de la pipette (6.2), 5 ml de la solution d'acétate de magnésium (5.1) de manière à humecter complètement la prise d'essai et laisser reposer 20 min.

Dans l'autre capsule préparée (désignée capsule B), introduire, à l'aide de la pipette (6.2), 5 ml de la solution d'acétate de magnésium (5.1).

Évaporer le contenu de la capsule A et de la capsule B sur le bain d'eau (6.6) jusqu'à siccité.

Placer la capsule A et la capsule B dans l'étuve (6.4) à 102 °C, et les y laisser séjourner 30 min.

Chauffer la capsule A avec son contenu sur une petite flamme jusqu'à carbonisation complète de la prise d'essai, en prenant soin de ne pas la laisser s'enflammer.

Transférer la capsule A et la capsule B dans le four électrique (6.5) à 825 °C, et chauffer durant au moins 1 h jusqu'à disparition complète du charbon dans la capsule A. Laisser la capsule A et la capsule B refroidir dans le dessiccateur (6.7) à la température de la salle des balances et les peser à 0,1 mg près.

Répéter les opérations de chauffage au four électrique (6.5), de refroidissement et de pesée jusqu'à ce que la masse reste constante à 1 mg près ou commence à augmenter. Noter la masse minimale.

9 Expression des résultats

9.1 Calculs

9.1.1 Les «cendres fixes» de l'échantillon, phosphore compris, w_{fa} , exprimées en pourcentage en masse, sont données par l'Équation (1):

$$w_{fa} = \frac{(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)}{m_0} \times 100 \quad (1)$$

où

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai (8.3);

m_1 est la masse, en grammes, de la capsule A et du résidu (8.4);

m_2 est la masse, en grammes, de la capsule A (8.2);

m_3 est la masse, en grammes, de la capsule B et du résidu (8.4);

m_4 est la masse, en grammes, de la capsule B (8.2).

Calculer les «cendres fixes» à 0,01 % par masse près et exprimer le résultat final à 0,1 % par masse près.

9.1.2 Pour calculer les «cendres fixes» de l'échantillon en pourcentage par masse par rapport à la matière sèche, multiplier le résultat obtenu de l'Équation (1) par le Facteur (2):

$$\frac{100}{100 - w_w} \quad (2)$$

où w_w est la teneur en eau, en pourcentage par masse, de l'échantillon déterminée selon l'ISO 5550|FIL 78.

9.2 Fidélité

9.2.1 Répétabilité

La différence absolue entre deux résultats d'essai individuels indépendants, obtenus à l'aide de la même méthode sur un matériau identique soumis à l'essai dans le même laboratoire par le même opérateur utilisant le même appareillage et dans un court intervalle de temps, ne dépassera pas 0,1 g de «cendres fixes» pour 100 g de produit (numériquement équivalent à 0,1 % par masse) dans plus de 5 % des cas.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/be606951-6f84-40e2-8290-0b09e9889241/iso-5544-2008>

9.2.2 Reproductibilité

La différence absolue entre deux résultats d'essai individuels, obtenus à l'aide de la même méthode sur un matériau identique soumis à l'essai dans des laboratoires différents par des opérateurs différents utilisant des appareillages différents, ne dépassera pas 0,2 g de «cendres fixes» pour 100 g de produit (numériquement équivalent à 0,2 % par masse) dans plus de 5 % des cas.

10 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit spécifier:

- tous les renseignements nécessaires à l'identification complète de l'échantillon;
- la méthode selon laquelle l'échantillonnage a été effectué, si elle est connue;
- la méthode utilisée, avec référence à la présente Norme internationale;
- tous les détails opératoires non prévus dans la présente Norme internationale, ou considérés comme facultatifs, ainsi que les détails sur les incidents éventuels susceptibles d'avoir agi sur le(les) résultat(s) d'essai;
- le(les) résultat(s) d'essai obtenu(s) et, si la répétabilité a été vérifiée, les résultats finaux cités obtenus.

Bibliographie

- [1] ISO 707|FIL 50, *Lait et produits laitiers — Lignes directrices pour l'échantillonnage*
- [2] ISO 5545|FIL 90, *Caséines présure et caséinates — Détermination des cendres (Méthode de référence)*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 5544:2008](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/be606951-6f84-40e2-8290-0b09e9889241/iso-5544-2008)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/be606951-6f84-40e2-8290-0b09e9889241/iso-5544-2008>