

---

---

**Caséines — Détermination de l'acidité  
libre (Méthode de référence)**

*Caseins — Determination of free acidity (Reference method)*

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

[ISO 5547:2008](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ae01f52f-703c-4414-bedf-01ee3e4f1eaf/iso-5547-2008)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ae01f52f-703c-4414-bedf-01ee3e4f1eaf/iso-5547-2008>



Numéros de référence  
ISO 5547:2008(F)  
FIL 91:2008(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 5547:2008](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ae01f52f-703c-4414-bedf-01ee3e4f1eaf/iso-5547-2008)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ae01f52f-703c-4414-bedf-01ee3e4f1eaf/iso-5547-2008>



**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](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

## 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 5547|FIL 91 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 5547:2008](http://www.iso.org/iso/5547/fil)

Cette deuxième édition de l'ISO 5547|FIL 91 annule et remplace la première édition (ISO 5547:1978), 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 5547|FIL 91 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 5547:2008

Cette édition de l'ISO 5547|FIL 91 annule et remplace la FIL 91:1979, dont elle constitue une révision mineure.

# Caséines — Détermination de l'acidité libre (Méthode de référence)

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de référence pour la détermination de l'acidité libre des caséines obtenues par précipitation acide ou par fermentation lactique, et des caséines présure.

## 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 385, *Verrerie de laboratoire — Burettes*

ISO 648, *Verrerie de laboratoire — Pipettes à un volume*

ISO 835, *Verrerie de laboratoire — Pipettes graduées*

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

ISO 4788, *Verrerie de laboratoire — Éprouvettes graduées cylindriques*

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

#### acidité libre des caséines

volume, en millilitres, de solution titrée d'hydroxyde de sodium à 0,1 mol/l nécessaire pour neutraliser l'extrait aqueux de 1 g du produit

## 4 Principe

Extraction aqueuse à 60 °C d'une prise d'essai. Filtration. Titrage du filtrat au moyen d'une solution titrée d'hydroxyde de sodium, en présence de phénolphaléine comme indicateur.

## 5 Réactifs

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau distillée ou déminéralisée, ou de l'eau de pureté équivalente, débarrassée du dioxyde de carbone par ébullition durant 10 min avant utilisation.

- 5.1 **Hydroxyde de sodium** (NaOH), solution titrée à environ 0,1 mol/l.
- 5.2 **Phénolphthaléine** (C<sub>20</sub>H<sub>14</sub>O<sub>4</sub>), solution à 10 g/l dans de l'éthanol.

## 6 Appareillage

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

- 6.1 **Balance analytique**, pouvant peser à 0,01 g près.
- 6.2 **Fiole conique à col rodé**, de 500 ml de capacité, munie d'un bouchon en verre rodé.
- 6.3 **Pipette à un trait**, de 100 ml de capacité, selon les prescriptions de l'ISO 648, classe A.
- 6.4 **Pipette**, appropriée au mesurage de 0,5 ml de la solution d'indicateur (5.2), selon les prescriptions de l'ISO 648, classe A ou l'ISO 835, classe A.
- 6.5 **Fiole conique**, de 250 ml de capacité.
- 6.6 **Éprouvette graduée**, de 250 ml de capacité, selon les prescriptions de l'ISO 4788, classe A.
- 6.7 **Burette**, graduée en divisions d'au moins 0,1 ml, selon les prescriptions de l'ISO 385, classe A.
- 6.8 **Bain d'eau**, pouvant être maintenu à une température de  $(60 \pm 2)$  °C.
- 6.9 **Filtre approprié**. <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ae01f52f-703c-4414-bedf-01ee3e4f1eaf/iso-5547-2008>
- 6.10 **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 absorption d'humidité. Ne pas utiliser un broyeur à marteaux.
- 6.11 **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]<sup>[1]</sup>.

## 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 (6.11).

**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 (6.10) 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** Procéder à la détermination (8.3) dès que possible après la préparation de l'échantillon pour essai.

Nettoyer le dispositif après avoir broyé chaque échantillon.

## 8.2 Prise d'essai

Peser, à 10 mg près, environ 10 g de l'échantillon pour essai (8.1) et les introduire dans la fiole conique (6.2).

## 8.3 Détermination

À l'aide de l'éprouvette de 250 ml (6.6), ajouter 200 ml d'eau, récemment bouillie et préalablement portée à 60 °C, à la prise d'essai. Boucher la fiole, mélanger en tournoyant, puis placer la fiole au bain d'eau (6.8) réglé à 60 °C et l'y maintenir durant 30 min. Agiter la fiole environ toutes les 10 min.

Filtrer et refroidir le filtrat à environ 20 °C. Le filtrat doit être limpide.

Introduire, à l'aide de la pipette (6.3), 100 ml du filtrat refroidi dans la fiole conique (6.5). Ajouter, à l'aide de la pipette (6.4), 0,5 ml de la solution de phénolphaléine (5.2). Titrer avec la solution d'hydroxyde de sodium (5.1), jusqu'à l'apparition d'une couleur rose pâle persistant durant au moins 30 s. Noter, à 0,01 ml près, le volume utilisé.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ae01f52f-703c-4414-bedf-01ee3e4f1eaf/iso-5547-2008>

## 9 Expression des résultats

### 9.1 Calculs

**9.1.1** L'acidité libre de la caséine,  $V_{\text{fac}}$ , en millilitres, est donnée par l'Équation (1):

$$V_{\text{fac}} = \frac{20 V_{\text{NaOH}} c}{m} \quad (1)$$

où

$V_{\text{NaOH}}$  est le volume, en millilitres, de la solution titrée d'hydroxyde de sodium (5.1) utilisée;

$c$  est la quantité de concentration de substance, en moles par litre, de la solution titrée d'hydroxyde de sodium (5.1);

$m$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai.

Calculer l'acidité libre à 0,01 ml près et consigner le résultat final à 0,1 ml près.

**9.1.2** Pour calculer l'acidité libre 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 de l'échantillon, en pourcentage par masse, 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 0,02 ml de solution d'hydroxyde de sodium à 0,1 mol/l pour 1 g de produit dans plus de 5 % des cas.

### 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 0,04 ml de solution d'hydroxyde de sodium à 0,1 mol/l pour 1 g de produit dans plus de 5 % des cas.

## 10 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit spécifier:

- a) tous les renseignements nécessaires à l'identification complète de l'échantillon;
- b) la méthode selon laquelle l'échantillonnage a été effectué, si elle est connue;
- c) la méthode utilisée, avec référence à la présente Norme internationale;
- d) 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;
- e) 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*

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

[ISO 5547:2008](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ae01f52f-703c-4414-bedf-01ee3e4f1eaf/iso-5547-2008)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ae01f52f-703c-4414-bedf-01ee3e4f1eaf/iso-5547-2008>