

---

---

**Lait — Détermination de la teneur en  
calcium — Méthode titrimétrique**

*Milk — Determination of calcium content — Titrimetric method*

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

[ISO 12081:2010](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bea08a74-0805-47ea-8a9e-d5c343fb8dd6/iso-12081-2010)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bea08a74-0805-47ea-8a9e-  
d5c343fb8dd6/iso-12081-2010](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bea08a74-0805-47ea-8a9e-d5c343fb8dd6/iso-12081-2010)



Numéros de référence  
ISO 12081:2010(F)  
FIL 36:2010(F)

© ISO et FIL 2010

**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 12081:2010](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bea08a74-0805-47ea-8a9e-d5c343fb8dd6/iso-12081-2010)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bea08a74-0805-47ea-8a9e-d5c343fb8dd6/iso-12081-2010>



**DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT**

© ISO et FIL 2010

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 12081|FIL 36 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 12081|FIL 36 annule et remplace la première édition (ISO 12081:1998), 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.

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 12081|FIL 36 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 confié à l'ancienne Équipe d'Action mixte ISO-FIL sur les *Composants mineurs* qui fait maintenant partie du Comité permanent chargé des *Méthodes d'analyse de la composition*.

Cette édition de l'ISO 12081|FIL 36 annule et remplace la FIL 36A:1992, dont elle constitue une révision mineure.

ISO 12081:2010  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bea08a74-0805-47ea-8a9e-d5c343fb8dd6/iso-12081-2010>

# Lait — Détermination de la teneur en calcium — Méthode titrimétrique

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode titrimétrique pour la détermination de la teneur en calcium du lait, du lait reconstitué à partir de lait concentré et du lait concentré sucré ou sec.

## 2 Termes et définitions

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

### 2.1

#### teneur en calcium du lait

fraction massique des substances déterminées par le mode opératoire spécifié dans la présente Norme internationale

NOTE La teneur en calcium est exprimée en fraction massique en pourcentage.

[ISO 12081:2010](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bea08a74-0805-47ea-8a9e-d5c343fb8dd6/iso-12081-2010)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bea08a74-0805-47ea-8a9e-d5c343fb8dd6/iso-12081-2010>

## 3 Principe

Précipitation des matières protéiques de la prise d'essai par l'acide trichloracétique, puis filtration. Précipitation du calcium dans le filtrat sous forme d'oxalate de calcium et séparation par centrifugation. Titration du précipité lavé et dissous avec du permanganate de potassium.

## 4 Réactifs

Sauf spécification contraire, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau distillée ou déminéralisée ou de l'eau de pureté équivalente.

**4.1 Solution I d'acide trichloracétique** ( $C_2HCl_3O_2$ ), 200 g/l.

**4.2 Solution II d'acide trichloracétique**, 120 g/l.

**4.3 Oxalate d'ammonium** ( $C_2H_8N_2O_4$ ), solution saturée à froid.

**4.4 Solution de rouge de méthyle.**

Dissoudre 0,05 g de rouge de méthyle ( $C_{15}H_{15}N_3O_2$ ) dans 100 ml d'éthanol (fraction volumique de 96 %).

**4.5 Acide acétique** ( $C_2H_4O_2$ ), solution à 20 %, fraction volumique.

**4.6 Solution I d'ammoniaque.**

Mélanger à volumes égaux de l'ammoniaque ( $NH_3$ ) (fraction volumique de 25 %) et de l'eau.

#### 4.7 Solution II d'ammoniaque.

Diluer 2 ml d'ammoniaque (fraction volumique de 25 %) à 100 ml, avec de l'eau.

#### 4.8 Acide sulfurique (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>).

Ajouter 20 ml d'acide sulfurique (fraction volumique de 98 %) à 80 ml d'eau.

#### 4.9 Solution titrée de permanganate de potassium, $c(\text{KMnO}_4) = 0,004 \text{ mol/l} \pm 0,000 1 \text{ mol/l}$ .

Vérifier le titre par mode opératoire de titrage courant en utilisant de l'acide oxalique ou de l'oxalate de sodium.

### 5 Appareillage et matériaux

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

5.1 **Balance analytique**, capable de peser à 0,01 g près, avec une précision de lecture de 0,001 g.

5.2 **Fiole jaugée à un trait**, de 50 ml de capacité, ISO 1042<sup>[4]</sup>, classe A.

5.3 **Pipette**, de 20 ml de capacité, ISO 648<sup>[2]</sup>, classe A.

5.4 **Centrifugeuse**, pouvant développer une accélération centrifuge égale à 1 400g.

5.5  **Tubes de centrifugation**, cylindriques et à fond rond, d'une capacité d'environ 30 ml, gradués à 20 ml.

5.6 **Pipettes**, de 2 ml et 5 ml de capacité, ISO 648<sup>[2]</sup>, classe A.

5.7 **Dispositif à aspiration**, muni d'un tube capillaire.

5.8 **Bain d'eau**, capable de maintenir l'eau à ébullition.

5.9 **Burette**, graduée en divisions de 0,02 ml, ISO 385<sup>[1]</sup>, classe A.

5.10 **Papier-filtre**, exempt de cendre, pour filtration lente.

### 6 Échantillonnage

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>[3]</sup>.

Il est important que le laboratoire reçoive un échantillon réellement représentatif, non endommagé ou modifié lors du transport et de l'entreposage.

### 7 Préparation de l'échantillon pour essai

Porter l'échantillon de lait ou de lait reconstitué à 20 °C ± 2 °C et mélanger soigneusement. Si l'on n'obtient pas une dispersion homogène de la matière grasse, chauffer l'échantillon lentement à 40 °C, mélanger doucement par inversions répétées, puis refroidir à 20 °C ± 2 °C.

## 8 Mode opératoire

### 8.1 Prise d'essai

En utilisant la pipette (5.3), transférer environ 20 g de l'échantillon préparé (voir Article 7) dans la fiole jaugée (5.2). Peser l'échantillon à 0,01 g près.

### 8.2 Détermination

#### 8.2.1 Précipitation des matières protéiques

Ajouter à la prise d'essai (8.1), peu à peu et en agitant, la solution I d'acide trichloracétique (4.1) jusqu'à ce qu'un volume de 50 ml soit atteint. Agiter vigoureusement pendant quelques secondes et laisser reposer 30 min. Filtrer sur un papier-filtre exempt de cendres (5.10) en prenant soin que le filtrat soit limpide.

#### 8.2.2 Précipitation du calcium à l'état d'oxalate et séparation de l'oxalate

Introduire à la pipette (5.6), dans un tube de centrifugation (5.5), 5 ml du filtrat clair (voir 8.2.1), puis 5 ml de la solution II d'acide trichloracétique (4.2), 2 ml de la solution d'oxalate d'ammonium (4.3), deux gouttes de la solution de rouge méthyle (4.4) et 2 ml de la solution d'acide acétique (4.5). Mélanger par agitation circulaire.

Ajouter goutte par goutte la solution I d'ammoniaque (4.6) aux solutions mélangées dans le tube de centrifugation jusqu'à ce que la coloration devienne jaune pâle. Puis ajouter quelques gouttes de la solution d'acide acétique (4.5) jusqu'à apparition d'une coloration rose. Laisser reposer 4 h à température ambiante.

Diluer le contenu du tube de centrifugation à 20 ml avec de l'eau. Centrifuger le tube à 1 400g pendant 10 min. Décanter le liquide clair surnageant avec le dispositif à aspiration (5.7).

En prenant soin de ne pas remettre en suspension le culot d'oxalate de calcium, rincer les parois du tube de centrifugation avec 5 ml de la solution II d'ammoniaque (4.7). Centrifuger une nouvelle fois à 1 400g pendant 5 min. Décanter le liquide surnageant avec le dispositif à aspiration (5.7).

Répéter deux fois cette opération de lavage.

#### 8.2.3 Titrage

Ajouter 2 ml d'acide sulfurique (4.8) et 5 ml d'eau au culot d'oxalate de calcium (voir 8.2.2).

Placer le tube dans le bain d'eau bouillante (5.8) afin de dissoudre complètement le culot d'oxalate de calcium. Titrer l'oxalate de calcium dissous avec la solution de permanganate de potassium (4.9) jusqu'à obtenir une coloration rose persistante. Veiller à ce que la température de la solution reste supérieure à 60 °C pendant le titrage.

Noter le volume, en millilitres, de solution de permanganate de potassium utilisé, à 0,01 ml près.

#### 8.2.4 Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc, parallèlement à la détermination, en remplaçant la prise d'essai par 20 ml d'eau.

Noter le volume, en millilitres, de solution de permanganate de potassium utilisé, à 0,01 ml près.

## 9 Calcul et expression des résultats

### 9.1 Calcul

Calculer la teneur en calcium,  $w_{Ca}$ , sous forme de fraction massique exprimée en pourcentage, à l'aide de l'équation suivante:

$$w_{Ca} = 0,000\ 4(V - V_0) \times \frac{1\ 000\ f}{m}$$

$$= 0,4(V - V_0) \times \frac{f}{m}$$

où

$V$  est le volume, en millilitres, de solution de permanganate de potassium utilisé pour le titrage (voir 8.2.3);

$V_0$  est le volume, en millilitres, de solution de permanganate de potassium utilisé pour l'essai à blanc (voir 8.2.4);

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

$f$  est le facteur de correction pour le volume de précipité résultant de la précipitation par l'acide trichloracétique, donné dans le Tableau 1.

(standards.iteh.ai)

Tableau 1 — Facteur de correction,  $f$ , en fonction de la teneur en matière grasse de l'échantillon

Teneur en matière grasse de l'échantillon fraction massique en %	Facteur de correction $f$
3,5 à 4,5	0,972
3	0,976
2	0,980
1	0,985
< 0,1	0,989

### 9.2 Expression des résultats

Exprimer le résultat avec trois décimales.

## 10 Répétabilité

La différence absolue entre deux résultats d'essai individuels indépendants, obtenus à l'aide de la même méthode sur un matériau d'essai identique dans le même laboratoire par le même opérateur utilisant le même appareillage dans un court intervalle de temps, n'excédera 0,002 % que dans 5 % des cas au plus.



## 11 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir au moins les informations suivantes:

- a) tous les renseignements nécessaires à l'identification complète de l'échantillon;
- b) la méthode d'échantillonnage utilisée, si elle est connue;
- c) la méthode d'essai utilisée, avec la référence à la présente Norme internationale (ISO 12081|FIL 36:2010);
- d) tous les détails opératoires non spécifiés dans la présente Norme internationale, ou considérés comme facultatifs, ainsi que les incidents éventuels susceptibles d'avoir influé sur le(s) résultat(s) d'essai;
- e) le(s) résultat(s) d'essai obtenu(s);
- f) si la répétabilité a été vérifiée, le résultat final cité qui a été obtenu.

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

[ISO 12081:2010](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bea08a74-0805-47ea-8a9e-d5c343fb8dd6/iso-12081-2010)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bea08a74-0805-47ea-8a9e-d5c343fb8dd6/iso-12081-2010>