

---

---

**Lait et produits laitiers — Détermination  
de la teneur en fer — Méthode  
spectrométrique (Méthode de référence)**

*Milk and milk products — Determination of iron content —  
Spectrometric method (Reference method)*

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

[ISO 6732:2010](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1b0da224-77e5-4f54-88c7-43f0b39e4e95/iso-6732-2010)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1b0da224-77e5-4f54-88c7-43f0b39e4e95/iso-6732-2010>



Numéros de référence  
ISO 6732:2010(F)  
FIL 103:2010(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 6732:2010](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1b0da224-77e5-4f54-88c7-43f0b39e4e95/iso-6732-2010)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1b0da224-77e5-4f54-88c7-43f0b39e4e95/iso-6732-2010>



**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 6732|FIL 103 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 6732|FIL 103 annule et remplace la première édition (ISO 6732:1985), 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 6732|FIL 103 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 6732|FIL 103 annule et remplace la FIL 103A:1986, dont elle constitue une révision mineure.

ISO 6732:2010  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1b0da224-77e5-4f54-88c7-43f0b39e4e95/iso-6732-2010>

# Lait et produits laitiers — Détermination de la teneur en fer — Méthode spectrométrique (Méthode de référence)

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode spectrométrique de référence pour la détermination de la teneur en fer du lait et des produits laitiers.

La méthode est applicable aux produits suivants:

- lait, lait écrémé, lactosérum et babeurre;
- yogourt nature et yogourt écrémé;
- lait concentré non sucré et lait concentré sucré;
- poudre de lait entier, de lait écrémé, lactosérum et babeurre secs;
- crème et beurre;
- matière grasse butyrique anhydre, huile de beurre, matière grasse butyrique et ghee;
- crème glacée;
- fromages de différents âges, et fromages fondus;
- caséines, caséinates et coprécipités.

## 2 Termes et définitions

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

### 2.1

#### **teneur en fer du lait et des produits laitiers**

fraction massique des substances déterminées selon la méthode spécifiée dans la présente Norme internationale

NOTE La teneur en fer est conventionnellement exprimée en milligrammes par kilogramme d'échantillon.

## 3 Principe

Minéralisation de la matière organique à l'aide d'un mélange d'acide nitrique et d'acide sulfurique, après élimination de la matière grasse dans le cas de la crème, de la matière grasse butyrique anhydre, de l'huile de beurre, de la matière grasse butyrique et du ghee. Dans le cas du beurre, séparation et minéralisation du sérum.

Complexation des ions fer(II), obtenus par réduction des ions fer(III), au moyen de la bathophénanthroline. Extraction du fer(II) combiné à l'alcool isoamylique. Mesurage spectrométrique de l'absorbance, à une longueur d'onde de 533 nm, de la solution rouge ainsi obtenue.

## 4 Réactifs

**IMPORTANT — Veiller à maintenir les réactifs, la verrerie et l'appareillage, ainsi que l'environnement dans le laboratoire, aussi propres que possible afin d'éviter toute contamination par la rouille. Il convient que chaque laboratoire identifie et contrôle ses propres sources de contamination.**

Sauf spécification contraire, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique très pure et exempts de fer, à l'exception des solutions étalons de fer (4.14 et 4.15).

**4.1 Eau**, de qualité 2, conformément à l'ISO 3696<sup>[5]</sup>.

**4.2 Éthanol** (C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH), à environ 96 %, fraction volumique.

Distiller, si nécessaire, dans un appareil exempt de fer.

**4.3 Éther diéthylique** (C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OC<sub>2</sub>H<sub>5</sub>).

Distiller, si nécessaire, dans un appareil exempt de fer.

**4.4 Éther de pétrole**, avec un intervalle de distillation de 40 °C à 60 °C.

Distiller, si nécessaire, dans un appareil exempt de fer.

**4.5 Acide nitrique** (HNO<sub>3</sub>), concentré,  $\rho_{20} = 1,42$  g/ml.

Distiller dans un appareil exempt de fer en rejetant les premiers 50 ml de distillat. Ne pas conserver l'acide nitrique dans un flacon de verre brun.

**4.6 Acide sulfurique**<sup>1)</sup> (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>), concentré,  $\rho_{20} = 1,84$  g/ml.

**4.7 Sulfate de potassium**<sup>1)</sup>, solution dans l'acide sulfurique.

Dissoudre 25 g de sulfate de potassium sec (K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) dans l'acide sulfurique (4.6) et compléter à 100 ml avec cet acide. Filtrer la solution, sans aspiration, à travers un creuset filtrant entièrement en verre, exempt de fer et de porosité P 100 (diamètre des pores compris entre 40 µm et 100 µm).

Si l'on ne dispose pas de sulfate de potassium exempt de fer, le purifier de la façon suivante.

Dissoudre 40 g de sulfate de potassium dans 500 ml d'eau (4.1) et ajouter 3 ml de la solution de chlorure d'hydroxylammonium (4.10). Pour l'extraction de la solution, ajouter 10 ml de la solution de bathophénanthroline (4.12). Extraire la couche surnageante. Répéter ces deux opérations jusqu'à ce que la couche supérieure reste incolore. Placer dans une étuve propre pour évaporer l'eau.

**4.8 Peroxyde d'hydrogène**<sup>1)</sup> (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>), solution,  $\rho_{20} = 1,099$  g/ml à 1,103 g/ml.

Conserver au réfrigérateur.

---

1) Aristar, Suprapur et Ultrex sont les appellations commerciales de produits appropriés disponibles sur le marché. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente Norme internationale et ne signifie nullement que l'ISO ou la FIL approuvent ou recommandent l'emploi exclusif des produits ainsi désignés.

#### 4.9 Acétate de sodium<sup>1)</sup>, solution saturée.

Dissoudre 232,5 g d'acétate de sodium anhydre ( $\text{CH}_3\text{COONa}$ ) dans 500 ml d'eau (4.1).

Si l'on ne dispose pas d'acétate de sodium exempt de fer, le purifier de la façon suivante.

Dissoudre 232,5 g d'acétate de sodium dans 500 ml d'eau. Filtrer à travers un papier-filtre. Ajouter 3 ml de la solution de chlorure d'hydroxylammonium (4.10). Pour l'extraction de la solution, ajouter 10 ml de la solution de bathophénanthroline (4.12). Extraire la couche surnageante. Répéter ces deux opérations jusqu'à ce que la couche supérieure reste incolore.

#### 4.10 Chlorure d'hydroxylammonium, solution.

Dissoudre 20 g de chlorure d'hydroxylammonium ( $\text{HONH}_2\text{Cl}$ ) dans de l'eau (4.1) et compléter à 100 ml. Filtrer à travers un papier-filtre. Pour l'extraction de la solution, ajouter 5 ml de la solution de bathophénanthroline (4.12). Laisser les deux couches se séparer correctement. Extraire la couche surnageante. Répéter ces deux opérations jusqu'à ce que la couche supérieure reste incolore.

NOTE En général, cinq extractions sont suffisantes.

Si la solution n'a pas été préparée dans les 24 h avant l'emploi, il est conseillé de répéter la purification avec une solution de bathophénanthroline.

À la place de la solution de chlorure d'hydroxylammonium, une solution fraîchement préparée d'acide ascorbique peut être utilisée comme agent réducteur. Cette solution d'acide ascorbique peut être préparée en dissolvant 10 g d'acide ascorbique dans 100 ml d'eau. Il convient d'extraire la solution avec la solution de bathophénanthroline exactement de la même façon que celle décrite pour la solution de chlorure d'hydroxylammonium. Il convient de conserver la solution au réfrigérateur. À la place de 3 ml de solution de chlorure d'hydroxylammonium, 3 ml de cette solution d'acide ascorbique peuvent être utilisés en 4.7, 4.9 et 8.2.1.4.

ISO 6732:2010

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1b0da224-77e5-4f54-88c7-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1b0da224-77e5-4f54-88c7-4516659c4095/iso-6732-2010)

#### 4.11 Alcool isoamylique (méthyl-3 butanol-1).

Distiller, si nécessaire, dans un appareil exempt de fer.

#### 4.12 Bathophénanthroline, solution.

Dissoudre 83,1 mg de bathophénanthroline [diphényl-4,7 phénanthroline-1,10 ( $\text{C}_{24}\text{H}_{16}\text{N}_2$ )] dans 100 ml d'alcool isoamylique (4.11).

#### 4.13 Permanganate de potassium, solution.

Dissoudre 100 mg de permanganate de potassium ( $\text{KMnO}_4$ ) dans 50 ml d'eau (4.1).

#### 4.14 Fer, solution étalon correspondant à 1 000 mg de fer par litre.

Dissoudre 7,022 g de sulfate d'ammonium de fer(II) hexahydraté [ $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ] dans 250 ml d'eau (4.1). Ajouter 8 ml d'acide sulfurique (4.6) et refroidir à température ambiante. Diluer à 1 000 ml avec de l'eau.

1 ml de cette solution étalon contient 1 mg de fer.

NOTE Des préparations disponibles dans le commerce contenant 1 000 mg de fer peuvent être utilisées à la place de sulfate d'ammonium de fer(II) hexahydraté.

**4.15 Fer**, solution étalon correspondant à 1 mg de fer par litre.

Préparer cette solution le jour de l'emploi. Verser à l'aide d'une pipette (5.11) 1 ml de la solution étalon de fer (4.14) dans 250 ml d'eau (4.1). Ajouter 1 ml d'acide sulfurique (4.6) et diluer avec de l'eau jusqu'à 1 000 ml.

1 ml de cette solution étalon contient 1 µg de fer.

## 5 Appareillage

**IMPORTANT — Veiller à maintenir la verrerie et l'appareillage, ainsi que l'environnement dans le laboratoire, aussi propres que possible afin d'éviter toute contamination par la rouille. Il convient que chaque laboratoire identifie et contrôle ses propres sources de contamination.**

Conserver la verrerie propre, y compris les billes en verre (5.8), dans une solution d'acide nitrique à 10 % (fraction massique). Avant emploi, rincer trois fois avec de l'eau distillée et trois fois avec de l'eau bidistillée. Sécher, si nécessaire, en rinçant successivement avec de l'éthanol (4.2) et de l'éther diéthylique (4.3).

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

**5.1 Balance analytique.**

**5.2 Centrifugeuse**, capable de produire une accélération radiale de 2 500g, avec des tubes d'au moins 150 ml de capacité.

**5.3 Appareil de broyage**, approprié à la nature de l'échantillon.

**5.4 Tamis**, de 500 µm de dimension nominale d'ouverture, ISO 565<sup>[1]</sup>, en matériau exempt de fer.

**5.5 Bains d'eau.**

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1b0da224-77e5-4f54-88c7-43f0b39e4e95/iso-6732-2010>

**5.6 Microbrûleurs à gaz ou appareil à chauffage électrique**, qui ne dégagent pas de particules contenant du fer.

**5.7 Ballons d'attaque** (Kjeldahl), d'environ 70 ml de capacité, munis de bouchons en verre rodés et portant un trait repère à 50 ml sur la partie inférieure du col.

**5.8 Billes en verre**, de préférence en quartz, ne libérant pas de fer durant le processus de minéralisation (voir 8.2.1).

**5.9 Éprouvettes graduées**, de 5 ml, 10 ml et 25 ml de capacité, ISO 4788<sup>[6]</sup>.

**5.10 Pipettes graduées**, de 1 ml, 2 ml et 5 ml de capacité, graduées en 0,1 ml, conformes à l'ISO 835<sup>[4]</sup>.

**5.11 Pipettes à un trait**, de 1 ml, 2 ml, 3 ml, 4 ml, 5 ml, 10 ml et 25 ml de capacité, conformes à l'ISO 648<sup>[2]</sup>, classe A.

**5.12 Spectromètre**, permettant de mesurer l'absorbance à 533 nm, équipé de cuves de 10 mm de parcours optique.

## 6 Échantillonnage

**IMPORTANT — Éviter toute contamination par le fer. Conserver les récipients en verre pour l'échantillonnage dans une solution d'acide nitrique à 10 % (fraction massique). Les rincer soigneusement et les sécher avant utilisation.**



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 ou de l'entreposage.

## 7 Préparation de l'échantillon pour essai

**IMPORTANT — Éviter toute contamination par le fer.**

### 7.1 Lait, lait écrémé et lactosérum

Porter l'échantillon à  $(20 \pm 2)$  °C et mélanger avec soin. Si dans le cas du lait, la matière grasse n'est pas dispersée de façon homogène, chauffer lentement l'échantillon à 40 °C, mélanger doucement uniquement par retournements et refroidir rapidement à  $(20 \pm 2)$  °C.

### 7.2 Babeurre

Si nécessaire, éliminer les grains de beurre. Porter l'échantillon à  $(20 \pm 2)$  °C et mélanger avec soin juste avant de peser (voir 8.1.1).

### 7.3 Yogourt nature et yogourt écrémé

Porter l'échantillon à  $(20 \pm 2)$  °C et mélanger avec soin. Si le sérum est séparé, agiter vigoureusement juste avant de peser (voir 8.1.1).

### 7.4 Crème

Porter l'échantillon à  $(20 \pm 2)$  °C. Mélanger ou agiter soigneusement, mais pas trop vigoureusement, afin d'éviter le moussage ou le barattage.

Si la crème est très épaisse, ou si la matière grasse n'est pas dispersée uniformément, chauffer lentement à 40 °C pour faciliter le mélange.

Refroidir rapidement l'échantillon à  $(20 \pm 2)$  °C. Bien agiter l'échantillon dans le récipient. Mélanger jusqu'à ce que la masse soit homogène. Fermer le récipient.

On ne peut pas espérer obtenir des résultats corrects si un mélange convenable de l'échantillon n'est pas effectué ou si l'échantillon présente des signes manifestes de barattage ou d'autres anomalies.

### 7.5 Lait concentré non sucré

Bien agiter le récipient en le retournant fréquemment. Ouvrir le récipient. Verser le lait lentement dans un autre récipient en verre, pourvu d'un couvercle étanche, en prenant soin d'incorporer à l'échantillon la matière grasse ou les autres constituants pouvant adhérer à la paroi du premier récipient. Agiter vigoureusement et fermer le récipient.

Chauffer le récipient clos dans un bain d'eau entre 40 °C et 60 °C. Toutes les 15 min, sortir le récipient du bain et l'agiter fortement. Au bout de 2 h, retirer le récipient et le refroidir à  $(20 \pm 2)$  °C. Enlever le couvercle et bien mélanger en remuant l'échantillon avec une cuillère ou une spatule.

Si la matière grasse se sépare, on ne peut pas espérer obtenir des résultats corrects.