
**Fromages et fromages fondus —
Détermination de la teneur en phosphore
total — Méthode par spectrométrie
d'absorption moléculaire**

*Cheese and processed cheese products — Determination of total
phosphorus content — Molecular absorption spectrometric method*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 2962:2010](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/197631ca-736c-4ecc-82b6-c8742c9fcc4/iso-2962-2010)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/197631ca-736c-4ecc-82b6-
c8742c9fcc4/iso-2962-2010](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/197631ca-736c-4ecc-82b6-c8742c9fcc4/iso-2962-2010)



Numéros de référence
ISO 2962:2010(F)
FIL 33:2010(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 2962:2010](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/197631ca-736c-4ecc-82b6-c8742c9fcc4/iso-2962-2010)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/197631ca-736c-4ecc-82b6-c8742c9fcc4/iso-2962-2010>



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
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 2962|FIL 33 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 troisième édition de l'ISO 2962|FIL 33 annule et remplace la deuxième édition (ISO 2962:1984), 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 2962|FIL 33 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 2962|FIL 33 annule et remplace la FIL 33C:1987, dont elle constitue une révision mineure.

ISO 2962:2010
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/197631ca-736c-4ecc-82b6-c8742c9fcc4/iso-2962-2010>

Fromages et fromages fondus — Détermination de la teneur en phosphore total — Méthode par spectrométrie d'absorption moléculaire

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode par spectrométrie d'absorption moléculaire pour la détermination de la teneur en phosphore total du fromage. La méthode est applicable à toutes les sortes de fromages et aux fromages fondus.

2 Termes et définitions

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

2.1

teneur en phosphore total dans les fromages et fromages fondus

fraction massique de substance déterminée selon la méthode spécifiée dans la présente Norme internationale

NOTE La teneur en phosphore total est exprimée en fraction massique en pourcentage.

3 Principe

Minéralisation du fromage par l'acide sulfurique concentré et le peroxyde d'hydrogène.

Formation de bleu de molybdène par addition d'une solution de molybdate de sodium-acide ascorbique. Mesurage de la coloration bleue obtenue par spectrométrie d'absorption moléculaire à une longueur d'onde de 820 nm.

NOTE La minéralisation par voie sèche peut être utilisée à condition que le mode opératoire donne des résultats comparables à la minéralisation par voie humide.

4 Réactifs

Sauf spécification contraire, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau distillée ou déionisée ou de l'eau de pureté équivalente, exempte de composés du phosphore.

4.1 Acide sulfurique concentré (H_2SO_4), $\rho_{20} = 1,84$ g/ml.

4.2 Peroxyde d'hydrogène, solution contenant environ 30 g de H_2O_2 par 100 ml.

4.3 Molybdate de sodium-acide ascorbique, solution.

4.3.1 Molybdate de sodium, solution.

Dissoudre 12,5 g de molybdate de sodium dihydraté ($\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) dans une solution d'acide sulfurique à 5 mol/l, compléter avec cette solution d'acide sulfurique à 500 ml et homogénéiser.

4.3.2 Acide ascorbique, solution.

Dissoudre 10 g d'acide ascorbique ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$) dans de l'eau, compléter à 200 ml et homogénéiser.

Cette solution ne se conserve pas et doit être fraîchement préparée.

4.3.3 Mélange des solutions.

Immédiatement avant utilisation, mélanger 25 ml de la solution de molybdate de sodium (4.3.1) avec 10 ml de la solution d'acide ascorbique (4.3.2), compléter à 100 ml avec de l'eau et homogénéiser.

4.4 Phosphore, solution étalon correspondant à 100 µg de phosphore par millilitre.

Sécher, durant au moins 48 h, environ 1 g de dihydrogène-orthophosphate de potassium (KH_2PO_4) dans un dessiccateur muni d'un agent déshydratant efficace, par exemple de l'acide sulfurique concentré.

Dissoudre dans de l'eau 0,439 4 g de phosphate préalablement séché, compléter à 1 000 ml et homogénéiser.

5 Appareillage

iTeh STANDARD PREVIEW

IMPORTANT — Toute la verrerie doit être soigneusement nettoyée avec un détergent exempt de phosphore, puis rincée avec de l'eau.

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

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/197631ca-736c-4ecc-82b6-c8742c9fcc4/iso-2962-2010>

5.1 Balance analytique.

5.2 Appareil pour broyer ou râper le fromage, pouvant être nettoyé facilement.

5.3 Bain d'eau.

5.4 Ballons d'attaque (ballons de Kjeldahl ou tubes d'attaque), de 25 ml de capacité.

5.5 Appareil de chauffage

5.5.1 Microbrûleur à gaz ou chauffage électrique, pour le chauffage des ballons de Kjeldahl.

5.5.2 Bloc de chauffage, pour le chauffage des tubes d'attaque.

5.6 Billes de verre.

5.7 Éprouvettes graduées, de 5 ml et 25 ml de capacité, ISO 4788^[5], classe A.

5.8 Fioles jaugées à un trait, de 50 ml et 100 ml de capacité, ISO 1042^[4], classe B.

5.9 Pipettes, capables de délivrer 1 ml, 2 ml, 3 ml, 5 ml et 10 ml, conformes aux exigences de l'ISO 648^[1], classe B, ou de l'ISO 835^[3].

5.10 Spectromètre, permettant des mesures à une longueur d'onde de 820 nm, équipé de cuves de 10 mm de parcours optique.

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^[2].

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

Enlever la croûte, la morge ou la couche superficielle moisie du fromage de façon à obtenir un échantillon pour essai représentatif du fromage tel qu'il est habituellement consommé. Broyer ou râper l'échantillon au moyen d'un appareil approprié (5.2). Mélanger rapidement la masse broyée ou râpée; si possible, broyer ou râper une seconde fois et homogénéiser à nouveau. Si l'échantillon ne peut être broyé ni râpé, l'homogénéiser par forte agitation et malaxage.

Transvaser l'échantillon pour essai dans un récipient étanche à l'air en vue de l'analyse qui doit être effectuée aussi rapidement que possible après le broyage ou le râpage. S'il est indispensable de conserver l'échantillon pendant un certain temps, prendre toutes les précautions pour assurer sa conservation convenable et pour éviter la condensation d'humidité sur la surface intérieure du récipient.

Nettoyer l'appareil après le broyage ou le râpage de l'échantillon.

8 Mode opératoire

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

8.1 Prise d'essai

Dans un ballon d'attaque (5.4) peser, à 1 mg près, une prise d'essai de 0,5 g à 1,0 g de l'échantillon pour essai.

Si la teneur en eau du fromage est inférieure à 50 % (fraction massique), une prise d'essai d'environ 0,5 g est suffisante. Dans le cas du fromage frais, une prise d'essai d'environ 1,0 g peut être prélevée.

8.2 Détermination

8.2.1 Ajouter trois billes de verre et 4 ml d'acide sulfurique concentré (4.1) dans un ballon d'attaque et chauffer sous une hotte bien ventilée. Un ballon Kjeldahl doit être placé en position inclinée.

Contrôler la hauteur de la flamme afin de limiter la production de mousse dans le ballon. Il peut y avoir de la mousse dans le col du ballon, mais la mousse ne doit pas s'en échapper.

Laisser le mélange bouillir lentement. Éviter des surchauffes locales et éviter de chauffer le ballon au-dessus de la surface du liquide.

8.2.2 Dès que cesse la formation de mousse, refroidir jusqu'à température ambiante. Ajouter, avec précaution, quelques gouttes de la solution de peroxyde d'hydrogène (4.2), chauffer à nouveau, et répéter ces opérations jusqu'à ce que le contenu du ballon soit devenu limpide et incolore. Au cours du chauffage, mélanger le contenu du ballon, en agitant de temps en temps. Éviter des surchauffes locales.

8.2.3 Rincer le col du ballon avec environ 2 ml d'eau, et chauffer à nouveau jusqu'à ce que l'eau se soit évaporée.

Laisser le liquide bouillir durant 30 min après décoloration afin d'éliminer toutes traces de peroxyde d'hydrogène. Éviter des surchauffes locales.

8.2.4 Refroidir à température ambiante. Transvaser quantitativement le liquide dans une fiole jaugée de 100 ml (5.8). Compléter au trait avec de l'eau et bien mélanger.

8.2.5 Introduire, dans une fiole jaugée de 50 ml (5.8), 1 ml de la solution, prélevé à la pipette (5.9), et diluer avec environ 25 ml d'eau. Ajouter 20 ml de la solution molybdate-acide ascorbique (4.3.3). Compléter au trait avec de l'eau et bien mélanger.

8.2.6 Placer la fiole dans le bain d'eau bouillante (5.3) et la laisser chauffer durant 15 min.

8.2.7 Refroidir jusqu'à température ambiante, dans un bain d'eau froide (5.3). Dans un délai de 1 h, mesurer l'absorbance de la solution par rapport à celle de la solution de l'essai à blanc (voir 8.4) à une longueur d'onde de 820 nm.

8.3 Courbe d'étalonnage

8.3.1 Introduire, dans une fiole jaugée de 100 ml (5.8), 10 ml de la solution étalon de phosphore (4.4), prélevés à la pipette (5.9). Compléter au trait avec de l'eau et bien mélanger.

8.3.2 Dans une série de cinq fioles jaugées de 50 ml (5.8), introduire, à l'aide d'une pipette, respectivement 0 ml, 1 ml, 2 ml, 3 ml et 5 ml de la solution étalon diluée (8.3.1), c'est-à-dire respectivement l'équivalent de 0 µg, 10 µg, 20 µg, 30 µg et 50 µg de phosphore. Compléter le contenu de chaque fiole à 20 ml environ avec de l'eau.

8.3.3 Ajouter au contenu de chaque fiole 20 ml de la solution de molybdate-acide ascorbique (4.3.3). Compléter au trait avec de l'eau et bien mélanger.

Procédé comme spécifié en 8.2.6.

8.3.4 Refroidir jusqu'à température ambiante, dans de l'eau froide. Dans un délai de 1 h, mesurer l'absorbance de chacune des solutions d'étalonnage par rapport à l'eau à une longueur d'onde de 820 nm.

8.3.5 Tracer la courbe de ces absorbances en fonction des quantités de phosphore ajoutées.

8.4 Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc en suivant le mode opératoire spécifié en 8.2, mais sans la prise d'essai.

9 Calcul

La teneur en phosphore total, w_P , exprimée en fraction massique en pourcentage, est calculée à l'aide de l'équation suivante:

$$w_P = \frac{m_1}{100 m_0}$$

où

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

m_1 est la masse, en microgrammes, de phosphore, lue sur la courbe d'étalonnage (ou calculée à partir de la courbe de régression par la méthode des moindres carrés).

Exprimer le résultat avec deux décimales.

10 Fidélité

10.1 Répétabilité

La différence entre deux résultats d'essai individuels obtenus sur un matériau d'essai identique par un analyste utilisant le même appareillage dans un court intervalle de temps ne doit pas dépasser 0,03 g de phosphore pour 100 g de produit en moyenne dans plus d'un cas sur 20, dans des conditions d'utilisation normales et correctes de la méthode.

10.2 Reproductibilité

La différence entre deux résultats d'essai individuels et indépendants obtenus par deux opérateurs différents dans des laboratoires différents sur un matériel d'essai identique ne doit pas dépasser 0,06 g de phosphore pour 100 g en moyenne dans plus d'un cas sur 20, dans des conditions d'utilisation normales et correctes de la méthode.

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 2962|FIL 33:2010);
- 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.