
**Lait et produits laitiers —
Détermination de la teneur en azote —**

Partie 4:

**Détermination de la teneur en azote
protéique et non protéique et calcul
de la teneur en protéines vraies
(Méthode de référence)**

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Milk and milk products — Determination of nitrogen content —

*Part 4: Determination of protein and non-protein nitrogen content
and true protein content calculation (Reference method)*

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ad8310-0260-4b67-0568-9931549a4e11/iso-8968-4-2016>



iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 8968-4:2016
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ad8f8310-0260-4b67-a560-9931549a4e11/iso-8968-4-2016>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO et FIL 2016, Publié en Suisse

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, 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, l'affichage sur l'internet ou sur un Intranet, sans autorisation écrite préalable. Les demandes d'autorisation peuvent être adressées à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Ch. de Blandonnet 8 • CP 401
CH-1214 Vernier, Geneva, Switzerland
Tel. +41 22 749 01 11
Fax +41 22 749 09 47
copyright@iso.org
www.iso.org

International Dairy Federation
Silver Building • Bd Auguste Reyers 70/B • B-1030 Brussels
Tel. + 32 2 325 67 40
Fax + 32 2 325 67 41
info@fil-idf.org
www.fil-idf.org

Sommaire

Page

Avant-propos	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principe	2
4.1 Détermination indirecte de la teneur en azote protéique.....	2
4.2 Détermination directe de la teneur en azote protéique.....	2
5 Réactifs	2
5.1 Généralités.....	2
5.2 Solution d'acide trichloroacétique (CCl ₃ COOH).....	2
5.3 Solution volumétrique standard d'acide chlorhydrique.....	2
6 Appareillage	2
7 Échantillonnage	3
8 Préparation de l'échantillon pour essai	3
9 Mode opératoire — Détermination directe de la teneur en azote protéique	3
9.1 Prise d'essai.....	3
9.2 Détermination.....	3
9.2.1 Précipitation et filtration.....	3
9.2.2 Préparation du précipité.....	4
9.2.3 Minéralisation et distillation.....	4
9.2.4 Titration.....	4
9.3 Essai à blanc.....	4
9.4 Calcul et expression des résultats.....	4
9.4.1 Calcul de la teneur en azote protéique.....	4
9.4.2 Expression des résultats.....	5
9.4.3 Calcul de la teneur en protéines vraies.....	5
9.4.4 Expression des résultats relatifs à la teneur en protéines vraies.....	5
10 Mode opératoire — Détermination indirecte de la teneur en azote protéique	6
10.1 Détermination de la teneur en azote.....	6
10.2 Détermination de la teneur en azote non protéique.....	6
10.2.1 Prise d'essai.....	6
10.2.2 Précipitation et filtration.....	6
10.2.3 Préparation du filtrat.....	6
10.2.4 Minéralisation et distillation.....	6
10.2.5 Titration.....	6
10.3 Essai à blanc.....	6
10.4 Calcul et expression des résultats.....	7
10.4.1 Calcul de la teneur en azote non protéique.....	7
10.4.2 Calcul de la teneur en azote protéique.....	7
10.4.3 Expression des résultats.....	8
10.4.4 Calcul de la teneur en protéines vraies.....	8
10.4.5 Expression des résultats relatifs à la teneur en protéines vraies.....	8
11 Fidélité	8
11.1 Essai interlaboratoires.....	8
11.2 Répétabilité.....	8
11.3 Reproductibilité.....	9
12 Rapport d'essai	9
Annexe A (informative) Résultats d'un essai interlaboratoires — Estimation des données de fidélité concernant les méthodes de détermination directe et indirecte de la	

teneur en protéines vraies	10
Bibliographie	11

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 8968-4:2016
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ad8f8310-0260-4b67-a560-9931549a4e11/iso-8968-4-2016>

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 (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

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. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'OMC concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: [Avant-propos — Informations supplémentaires](http://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ad818510-0260-4607-a560-9931549a4e11/iso-8968-4-2016).

Le comité chargé de l'élaboration du présent document est l'ISO/TC 34, *Produits alimentaires*, sous-comité SC 5, *Lait et produits laitiers* et la Fédération internationale du lait (FIL). Il est publié conjointement par l'ISO et la FIL.

Cette deuxième édition de l'ISO 8968-4|FIL 20-4 annule et remplace l'ISO 8968-4|FIL 20-4:2001 et l'ISO 8968-5|FIL 20-5:2001, qui ont fait l'objet d'une révision technique.

L'ISO 8968|FIL 20 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Lait et produits laitiers — Détermination de la teneur en azote*:

- *Partie 1: Méthode Kjeldahl et calcul de la teneur en protéines brutes*
- *Partie 3: Méthode de minéralisation en bloc (méthode pratique semi-micro rapide)¹⁾*
- *Partie 4: Détermination de la teneur en azote protéique et non protéique et calcul de la teneur en protéines vraies (Méthode de référence)*

1) Il est prévu, lors de la révision, d'aligner l'élément principal du titre de l'ISO 8968-3|FIL 20-3 (c'est-à-dire, «Lait») avec l'élément principal des titres de l'ISO 8968-1|FIL 20-1 et de l'ISO 8968-4|FIL 20-4.

ISO 8968-4:2016(F)
FIL 20-4:2016(F)

La FIL (Fédération internationale du lait) est une organisation privée à but non lucratif qui représente les intérêts des divers acteurs de la filière laitière au niveau international. Les membres de la FIL sont organisés en comités nationaux, qui sont des associations nationales composées de représentants de groupes d'intérêt nationaux dans le secteur des produits laitiers, incluant des producteurs laitiers, des acteurs de l'industrie de transformation des produits laitiers, des fournisseurs de produits laitiers, des universitaires et des représentants des gouvernements/autorités chargées du contrôle des aliments.

L'ISO et la FIL collaborent étroitement sur toutes les activités de normalisation concernant les méthodes d'analyse et d'échantillonnage du lait et des produits laitiers. Depuis 2001, l'ISO et la FIL publient conjointement leurs Normes internationales en utilisant les logos et les numéros de référence des deux organisations.

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. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

L'ISO 8968-4|FIL 20-4 a été élaborée par le Comité permanent de la FIL chargé des *Méthodes d'analyse de la composition* et par le comité technique de ISO/TC 34, *Produits alimentaires*, sous-comité SC 5, *Lait et produits laitiers*.

L'ensemble des travaux a été confié au ~~groupe de projet mixte ISO/FIL~~ (C13) du Comité permanent chargé des *Méthodes d'analyse de la composition*, sous la direction de ses chefs de projet, D. Barbano (US) et P. Trossat (FR).

La présente Norme internationale ISO|FIL annule et remplace l'ISO 8968-4|FIL 20-4:2001 et l'ISO 8968-5|FIL 20-5:2001, qui ont fait l'objet d'une révision technique.

L'ISO 8968|FIL 20 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Lait et produits laitiers — Détermination de la teneur en azote*:

- *Partie 1: Méthode Kjeldahl et calcul de la teneur en protéines brutes*
- *Partie 3: Méthode de minéralisation en bloc (méthode pratique semi-micro rapide)*
- *Partie 4: Détermination de la teneur en azote protéique et non protéique et calcul de la teneur en protéines vraies (Méthode de référence)*

Lait et produits laitiers — Détermination de la teneur en azote —

Partie 4: Détermination de la teneur en azote protéique et non protéique et calcul de la teneur en protéines vraies (Méthode de référence)

AVERTISSEMENT — L'utilisation de la présente partie de l'ISO 8968|FIL 20 peut impliquer l'utilisation de produits et la mise en œuvre de modes opératoires et d'appareillages à caractère dangereux. La présente partie de l'ISO 8968|FIL 20 ne prétend pas aborder tous les risques liés à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur de la présente partie de l'ISO 8968|FIL 20 d'établir, avant de l'utiliser, des pratiques d'hygiène et de sécurité appropriées et de déterminer l'applicabilité des restrictions réglementaires locales.

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 8968|FIL 20 spécifie une méthode pour la détermination directe et indirecte de la teneur en azote protéique du lait liquide, entier ou écrémé.

2 Références normatives

Les documents ci-après, dans leur intégralité ou non, sont des références normatives indispensables à 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 8968-1|FIL 20-1, *Lait et produits laitiers — Détermination de la teneur en azote — Partie 1: Méthode Kjeldahl et calcul de la teneur en protéines brutes*

3 Termes et définitions

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

3.1

teneur en azote non protéique

rapport de masse des substances, déterminé par le mode opératoire spécifié

Note 1 à l'article: La teneur en azote non protéique est exprimée sous forme de pourcentage en masse.

3.2

teneur en azote protéique

rapport de masse des substances, déterminé par le mode opératoire spécifié, directement ou indirectement

Note 1 à l'article: La teneur en azote protéique est exprimée sous forme de pourcentage en masse.

4 Principe

4.1 Détermination indirecte de la teneur en azote protéique

Précipitation des protéines d'une prise d'essai par addition de solution d'acide trichloroacétique, de façon à ce que la concentration finale de l'acide trichloroacétique dans le mélange soit d'environ 12 %. Extraction des protéines de lait précipitées par filtration, le filtrat résiduel contenant les composants d'azote non protéique. Détermination de la teneur en azote du filtrat par le mode opératoire décrit dans l'ISO 8968-1|FIL 20-1.

Lorsque la teneur totale en azote de l'échantillon de lait a été déterminée préalablement, il est possible de calculer la teneur en azote protéique vrai comme étant la différence entre la teneur totale en azote et la teneur en azote non protéique

4.2 Détermination directe de la teneur en azote protéique

Précipitation des protéines d'une prise d'essai par addition de solution d'acide trichloroacétique, de façon à ce que la concentration finale de l'acide trichloroacétique dans le mélange soit d'environ 12 %. Séparation du précipité protéique par filtration. (Le précipité contient l'azote protéique de l'échantillon). Détermination de la teneur en azote du précipité par le mode opératoire décrit dans l'ISO 8968-1|FIL 20-1.

5 Réactifs

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

5.1 Généralités

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

Les réactifs spécifiés pour la détermination de la teneur en azote total selon la méthode décrite dans l'ISO 8968-1|FIL 20-1, ainsi que les réactifs suivants, sont requis:

5.2 Solution d'acide trichloroacétique (CCl₃COOH)

Dans une fiole jaugée de 100 ml, dissoudre 15,0 g d'acide trichloroacétique dans de l'eau. Compléter avec de l'eau jusqu'au trait. Ne pas utiliser de concentrations d'acide trichloroacétique et de volumes de solutions différents de ceux spécifiés.

NOTE Les performances de la méthode en ce qui concerne la valeur moyenne et les caractéristiques de performances interlaboratoires seront différentes en cas d'utilisation d'autres concentrations d'acide trichloroacétique ou d'autres volumes de solutions.

5.3 Solution volumétrique standard d'acide chlorhydrique

Pour la détermination directe, la solution d'acide chlorhydrique à 0,1 mol/l est telle que décrite dans l'ISO 8968-1|FIL 20-1.

Pour la détermination indirecte de la teneur en azote protéique, la solution d'acide chlorhydrique suivante est nécessaire: $c(\text{HCl}) = (0,01 \pm 0,000 1) \text{ mol/l}$, en plus de la solution d'acide chlorhydrique à 0,1 mol/l requise telle que décrite dans l'ISO 8968-1|FIL 20-1.

6 Appareillage

Utiliser un matériel courant de laboratoire ainsi que le matériel spécifié pour la détermination de la teneur en azote total dans l'ISO 8968-1|FIL 20-1 et, en particulier, le matériel suivant.

6.1 Bain d'eau, pouvant être maintenu à une température comprise entre 38 °C et 40 °C.

- 6.2 **Fioles coniques**, d'une capacité de 125 ml (détermination indirecte uniquement).
- 6.3 **Pipettes**, d'une capacité de 5 ml, 10 ml et 20 ml.
- 6.4 **Entonnoir de filtration**, en verre, de 75 mm de diamètre.
- 6.5 **Papier-filtre**, exempt d'azote, de 15 cm de diamètre.²⁾
- 6.6 **Pipette automatique**, pompe à piston, capable d'injecter 10 ml.
- 6.7 **Béchers**, d'une capacité de 50 ml (détermination indirecte uniquement).

7 Échantillonnage

L'échantillonnage ne fait pas partie de la méthode spécifiée dans la présente partie de l'ISO 8968|FIL 20. Une méthode d'échantillonnage recommandée est indiquée dans l'ISO 707|FIL 50.

Il convient qu'un échantillon représentatif ait été envoyé au laboratoire. Il convient qu'il n'ait été ni endommagé ni modifié au cours du transport ou du stockage.

8 Préparation de l'échantillon pour essai

Chauffer l'échantillon pour essai dans le bain d'eau (6.1) à une température comprise entre 38 °C et 40 °C. Laisser refroidir l'échantillon à température ambiante tout en le mélangeant doucement immédiatement avant de peser la prise d'essai (9.1 ou 10.2.1).

9 Mode opératoire — Détermination directe de la teneur en azote protéique

9.1 Prise d'essai

Pipetter environ 5,0 ml ± 0,1 ml de l'échantillon pour essai préparé (voir l'Article 8) dans un ballon de Kjeldahl ou dans un tube de minéralisation sec et propre, préalablement pesé à 0,1 mg près. Peser l'échantillon pour essai à 0,1 mg près. Ajouter immédiatement 5,0 ml ± 0,1 ml d'eau dans le ballon ou dans le tube, rincer l'échantillon pour essai présent sur son goulot ou en son fond.

NOTE L'utilisation d'un ballon de Kjeldahl ou d'un tube de minéralisation dépend du choix du laboratoire en matière d'appareil de minéralisation.

9.2 Détermination

9.2.1 Précipitation et filtration

Ajouter 40 ml ± 0,5 ml de solution d'acide trichloroacétique (5.2) dans le ballon de Kjeldahl ou dans le tube de minéralisation contenant la prise d'essai (9.1) et agiter par un mouvement de rotation pour mélanger le contenu. Laisser reposer le ballon ou le tube pendant 5 min environ pour permettre au précipité de se déposer. Verser le contenu du ballon ou du tube au travers d'un papier-filtre (6.5) placé dans un entonnoir de filtration (6.4). Recueillir le filtrat dans une fiole conique propre. Une partie du précipité restera dans le ballon de Kjeldahl ou dans le tube de minéralisation et une partie sera recueillie sur le papier-filtre. Il n'est pas nécessaire d'éliminer tout le précipité du ballon ou du tube.

2) Whatman n° 1 est un exemple d'un produit approprié disponible dans le commerce. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente partie de l'ISO 8968|FIL 20 et ne saurait constituer un engagement de l'ISO ou de la FIL à l'égard de ce produit. Des produits équivalents peuvent être utilisés s'il est démontré qu'ils conduisent aux mêmes résultats.