

PROJET DE NORME INTERNATIONALE

ISO/DIS 8968-4

ISO/TC 34/SC 5

Secrétariat: NEN

Début de vote:
2013-09-26

Vote clos le:
2014-02-26

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

Partie 4:

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

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)

[Révision de la première édition (ISO 8968-4:2001) et la première édition ISO 8968-5:2001]

ICS: 67.100.10

CE DOCUMENT EST UN PROJET DIFFUSÉ POUR OBSERVATIONS ET APPROBATION. IL EST DONC SUSCEPTIBLE DE MODIFICATION ET NE PEUT ÊTRE CITÉ COMME NORME INTERNATIONALE AVANT SA PUBLICATION EN TANT QUE TELLE.

OUTRE LE FAIT D'ÊTRE EXAMINÉS POUR ÉTABLIR S'ILS SONT ACCEPTABLES À DES FINS INDUSTRIELLES, TECHNOLOGIQUES ET COMMERCIALES, AINSI QUE DU POINT DE VUE DES UTILISATEURS, LES PROJETS DE NORMES INTERNATIONALES DOIVENT PARFOIS ÊTRE CONSIDÉRÉS DU POINT DE VUE DE LEUR POSSIBILITÉ DE DEVENIR DES NORMES POUVANT SERVIR DE RÉFÉRENCE DANS LA RÉGLEMENTATION NATIONALE.

LES DESTINATAIRES DU PRÉSENT PROJET SONT INVITÉS À PRÉSENTER, AVEC LEURS OBSERVATIONS, NOTIFICATION DES DROITS DE PROPRIÉTÉ DONT ILS AURAIENT ÉVENTUELLEMENT CONNAISSANCE ET À FOURNIR UNE DOCUMENTATION EXPLICATIVE.

TRAITEMENT PARRALLÈLE ISO/CEN

Le présent projet a été élaboré dans le cadre de l'Organisation internationale de normalisation (ISO) et soumis selon le mode de collaboration **sous la direction de l'ISO**, tel que défini dans l'Accord de Vienne.

Le projet est par conséquent soumis en parallèle aux comités membres de l'ISO et aux comités membres du CEN pour enquête de cinq mois.

En cas d'acceptation de ce projet, un projet final, établi sur la base des observations reçues, sera soumis en parallèle à un vote d'approbation de deux mois au sein de l'ISO et à un vote formel au sein du CEN.

Pour accélérer la distribution, le présent document est distribué tel qu'il est parvenu du secrétariat du comité. Le travail de rédaction et de composition de texte sera effectué au Secrétariat central de l'ISO au stade de publication.



Numéro de référence
ISO/DIS 8968-4:2013(F)

© ISO 2013

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Full standard:
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ad88310-0260-4b67-a560-9931549a4e11/iso-8968-4-2016>

Notice de droit d'auteur

Ce document de l'ISO est un projet de Norme internationale qui est protégé par les droits d'auteur de l'ISO. Sauf autorisé par les lois en matière de droits d'auteur du pays utilisateur, aucune partie de ce projet ISO ne peut être reproduite, enregistrée dans un système d'extraction ou transmise sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie, les enregistrements ou autres, sans autorisation écrite préalable.

Les demandes d'autorisation de reproduction doivent être envoyées à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

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

Toute reproduction est soumise au paiement de droits ou à un contrat de licence.

Les contrevenants pourront être poursuivis.

Sommaire	Page
Avant-propos	iv
Avant-propos	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principe	1
5 Réactifs	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
10 Mode opératoire – Détermination indirecte de la teneur en azote protéique	6
11 Fidélité	8
12 Rapport d'essai	9
Annexe A (informative) Résultats d'un essai interlaboratoires	10
Bibliographie	12

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 8968-4 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits alimentaires*, sous-comité SC 5, *Lait et produits laitiers* et par la fédération internationale du lait (FIL). Elle est publiée conjointement par l'ISO et la FIL.

L'ISO 8968-4 | FIL 20-4:2013 annule et remplace les versions ISO 8968-4 | FIL 20-4:2001 et ISO 8968-5 | FIL 20-5:2001.

L'ISO 8968 | FIL 20 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Lait — Détermination de la teneur en azote protéique et non protéique et calcul de la teneur en protéine vraie (méthode de référence)* :

- Partie 1 : Méthode Kjeldahl – à publier
- Partie 3 : Méthode de minéralisation en bloc (méthode pratique semi-micro rapide) : 2004
- Partie 4 : Détermination de la teneur en azote protéique et non protéique et calcul de la teneur en protéine vraie (méthode de référence) – à publier

Avant-propos

La **FIL (Fédération internationale du lait)** 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 du lait et des produits laitiers.

La tâche principale des comités permanents est d'élaborer des 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. Les appellations commerciales utilisées dans le présent document sont des informations données par souci de commodité à l'intention des utilisateurs et ne saurait constituer un engagement.

L'ISO 8968-4 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits alimentaires*, sous-comité SC 5, *Lait et produits laitiers* et par la Fédération internationale du lait (FIL). Elle est publiée conjointement par l'ISO et la FIL.

L'ensemble des travaux a été confié à l'équipe d'action mixte ISO-FIL (C13) du comité permanent chargé des Méthodes d'analyse pour la composition (SCAMC), sous la direction de ses chefs de projet, D. Barbano (US) et P. Trossat (FR).

L'ISO 8968-4 | FIL 20-4:2013 annule et remplace les versions ISO 8968-4 | FIL 20-4:2001 et ISO 8968-5 | FIL 20-5:2001.

L'ISO 8968 | FIL 20 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Lait — Détermination de la teneur en azote protéique et non protéique et calcul de la teneur en protéine vraie (méthode de référence)* :

- Partie 1 : Méthode Kjeldahl – à publier
- Partie 3 : Méthode de minéralisation en bloc (méthode pratique semi-micro rapide) : 2004
- Partie 4 : Partie 4 : Détermination de la teneur en azote protéique et non protéique et calcul de la teneur en protéine vraie (méthode de référence) – à publier

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Full standard:
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ad88310-0260-4b67-a560-9931549a4e11/iso-8968-4-2016>

Lait — Détermination de la teneur en azote protéique et non protéique et calcul de la teneur en protéine vraie (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 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 normatifs suivants contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui y est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale.

ISO 8968-1 | FIL 20-1, *Lait - Détermination de la teneur en azote – Partie 1 : Méthode Kjeldahl*

3 Termes et définitions

Pour les besoins de la présente partie de l'ISO 8968 | FIL 20, les définitions suivantes s'appliquent.

3.1

teneur en azote non protéique

rapport de masse des substances, déterminé par le mode opératoire décrit dans la présente partie de l'ISO 8968 | FIL 20

3.2

teneur en azote protéique

rapport de masse des substances, déterminé par le mode opératoire décrit dans la présente partie de l'ISO 8968 | FIL 20, directement ou indirectement

NOTE La teneur en azote protéique et non 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 sorte 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 la partie 1 de l'ISO 8968 | FIL 20.

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 sorte que la concentration finale de l'acide trichloroacétique dans le mélange soit d'environ 12 %. Séparation du précipité protéique par filtration. (Le précipité contient la teneur en azote protéique de l'échantillon). Détermination de la teneur en azote du précipité par le mode opératoire décrit dans la partie 1 de l'ISO 8968 | FIL 20.

5 Réactifs

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 à utiliser sont ceux spécifiés pour la détermination de la teneur en azote total selon la méthode décrite dans la partie 1 de l'ISO 8968 | FIL 20, à l'exception de la solution volumétrique standard d'acide chlorhydrique à 0,10 mol/l, et le réactif suivant.

NOTE Si les laboratoires estiment qu'il convient d'utiliser la méthode décrite dans la partie 1 de l'ISO 8968 | FIL 20 pour déterminer la teneur en azote dans le précipité protéique, les réactifs décrits dans cette méthode sont également nécessaires.

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, l'acide chlorhydrique à 0,1 mol/l est tel que décrit dans la partie 1 de l'ISO 8968 | FIL 20.

Pour la détermination indirecte de la teneur en azote protéique, l'acide chlorhydrique suivant est nécessaire : c(HCl) = (0,01 ± 0,0001) mol/l, en plus de l'acide chlorhydrique à 0,1 mol/l requis dans la partie 1 de l'ISO 8968 | FIL 20.

NOTE Il est recommandé d'acheter ce matériau déjà prénormalisé et répondant à ces spécifications. Souvent, les erreurs systématiques (qui peuvent être évitées) introduites par un analyste qui dilue un acide concentré, puis détermine la molarité de l'acide, peuvent diminuer la reproductibilité de la méthode de la présente partie. Il convient que l'analyste n'utilise pas de solution de titrage de concentration supérieure à 0,1 mol/l car cela peut réduire le volume total de titrage par échantillon, et l'incertitude de lecture de la burette représentera un pourcentage plus élevé de la valeur. Cela peut avoir un impact négatif sur la répétabilité et la reproductibilité de la méthode. Si de l'acide sulfurique est utilisé à la place de l'acide chlorhydrique, il convient que la solution présente une concentration de (0,05 ± 0,0003) mol/l.

6 Appareillage

6.1 Généralités

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

NOTE Selon le choix du laboratoire indiqué dans la Note en 5.1, l'appareillage décrit dans la méthode choisie est requis.

- 6.2 **Bain d'eau**, pouvant être maintenu une température comprise entre 38 °C et 40 °C.
- 6.3 **Fioles coniques**, d'une capacité de 125 ml (pour la détermination indirecte uniquement).
- 6.4 **Pipettes**, d'une capacité de 5 ml, 10 ml et 20 ml.
- 6.5 **Entonnoir de filtration**, en verre, de 75 mm de diamètre.
- 6.6 **Papier-filtre, exempt d'azote**, de 15 cm de diamètre, par exemple Whatman n° 1¹⁾ ou équivalent.
- 6.7 **Pipette automatique**, pompe à piston, capable d'injecter 10 ml.
- 6.8 **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 Norme internationale. Une méthode d'échantillonnage recommandée est indiquée dans l'ISO 707 | FIL 50.

Il est important que le laboratoire reçoive un échantillon représentatif et n'ayant pas été endommagé ou modifié durant le transport ou le stockage.

8 Préparation de l'échantillon pour essai

Chauffer l'échantillon pour essai dans le bain d'eau (6.2) 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).

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

9.1 Prise d'essai

Pipetter environ 5,0 ml \pm 0,1 ml de l'échantillon pour essai préparé (8) dans un ballon de Kjeldahl ou dans un tube de minéralisation sec et propre. Peser préalablement à 0,1 mg près. Peser l'échantillon pour essai à 0,1 mg près. Ajouter immédiatement 5,0 ml \pm 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 mentionné dans la Note en 5.1.

¹⁾ Whatman est un exemple d'un produit approprié disponible dans le commerce. Cette information est donnée par souci de commodité à l'intention des utilisateurs de la présente partie de l'ISO 8968 | FIL 20 et ne saurait constituer un engagement de l'ISO à l'égard de ce produit.