

---

---

**Fromages — Détermination de la  
teneur en acide propionique par  
chromatographie —**

Partie 2:  
**Méthode par chromatographie par  
échange d'ions**

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

*Cheese — Determination of propionic acid level by  
chromatography —*

*Part 2: Method by ion-exchange chromatography*

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fcb71e58-ed88-4cd4-a959-b3357ec062f9/iso-ts-19046-2-2017>



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

[ISO/TS 19046-2:2017](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fcb71e58-ed88-4cd4-a959-b3357ec062f9/iso-ts-19046-2-2017)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fcb71e58-ed88-4cd4-a959-b3357ec062f9/iso-ts-19046-2-2017>



### DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO et FIL 2017, 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

<b>Avant-propos</b> .....	<b>iv</b>
<b>1</b> <b>Domaine d'application</b> .....	<b>1</b>
<b>2</b> <b>Références normatives</b> .....	<b>1</b>
<b>3</b> <b>Termes et définitions</b> .....	<b>1</b>
<b>4</b> <b>Principe</b> .....	<b>1</b>
<b>5</b> <b>Réactifs</b> .....	<b>1</b>
<b>6</b> <b>Appareillage</b> .....	<b>2</b>
<b>7</b> <b>Échantillonnage</b> .....	<b>3</b>
<b>8</b> <b>Préparation de l'échantillon pour essai</b> .....	<b>3</b>
<b>9</b> <b>Détermination quantitative par CLHP</b> .....	<b>4</b>
9.1    Étalonnage.....	4
9.2    Essai sur échantillonnage.....	4
<b>10</b> <b>Calcul et expression des résultats</b> .....	<b>4</b>
10.1   Calcul de la teneur en acide propionique dans les fromages.....	4
10.2   Expression des résultats.....	4
<b>11</b> <b>Fidélité</b> .....	<b>4</b>
11.1   Essai interlaboratoires.....	4
11.2   Répétabilité.....	4
<b>12</b> <b>Rapport d'essai</b> .....	<b>5</b>
<b>Annexe A</b> (informative) <b>Exemple de chromatogramme de CLHP</b> .....	<b>6</b>
<b>Annexe B</b> (informative) <b>Essai interlaboratoires</b> .....	<b>7</b>
<b>Bibliographie</b> .....	<b>8</b>

ITh STANDARD PREVIEW  
 (standards.iteh.ai)

## 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](http://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](http://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 nature volontaire des normes, 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'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: [www.iso.org/iso/fr/avant-propos.html](http://www.iso.org/iso/fr/avant-propos.html).

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 34, *Produits alimentaires*, sous-comité SC 5, *Lait et produits laitiers*, et la Fédération International du Lait (FIL). Elle est publiée conjointement par l'ISO et la FIL.

Une liste de toutes les parties de la série ISO/TS 19046 | FIL/MR 233 peut être consultée sur le site web de l'ISO.

**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 à 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](http://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 signifient nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi des produits ainsi désignés.

Le présent document a été élaboré par le Comité permanent chargé des *Méthodes d'analyse pour la composition (SCAMC) de la Fédération Internationale du Lait (FIL)* et le comité technique ISO/TC 34, *Produits alimentaires, sous-comité SC 5, Lait et produits laitiers*.

La présente Méthode révisée FIL est équivalente à une ISO/PAS Spécification publiquement disponible ou à une ISO/TS Spécification technique et est donc aussi publiée conjointement selon les conditions ISO.

L'ensemble des travaux a été confié au groupe de projet mixte ISO/FIL sur l'acide propionique (C25) du Comité permanent chargé des *Méthodes d'analyse pour la composition (SCAMC)*, sous la conduite de son chef de projet, P. Trossat (FR).

Une liste de toutes les parties de la série ISO/TS 19046 | FIL/MR 233 peut être consultée sur le site web de l'ISO.

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

ISO/TS 19046-2:2017

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fcb71e58-ed88-4cd4-a959-b3357ec062f9/iso-ts-19046-2-2017>

# Fromages — Détermination de la teneur en acide propionique par chromatographie —

## Partie 2: Méthode par chromatographie par échange d'ions

**AVERTISSEMENT** — Le présent document peut impliquer l'utilisation de produits et la mise en œuvre de modes opératoires et de matériel pouvant présenter un caractère dangereux. Le présent document n'a pas pour but de traiter l'ensemble des risques liés à son utilisation. Il est de la responsabilité de l'utilisateur du présent document de mettre en place des pratiques d'hygiène et de sécurité appropriées avant son utilisation, et de déterminer l'applicabilité des restrictions.

### 1 Domaine d'application

Le présent document décrit une méthode de détermination de la teneur en acide propionique dans les fromages par chromatographie par échange d'ions.

### 2 Références normatives

Le présent document ne contient aucune référence normative.

### 3 Termes et définitions

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

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>
- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <http://www.iso.org/obp>

#### 3.1

##### teneur en acide propionique

fraction massique de l'acide propionique, déterminée selon le mode opératoire décrit dans le présent document

Note 1 à l'article: La teneur en acide propionique est exprimée en mg/100 g de fromage.

### 4 Principe

Extraction de l'acide propionique en milieu aqueux par dilution des échantillons dans la phase mobile, centrifugation de la solution ainsi obtenue et filtration puis dosage de l'acide propionique dans le filtrat par chromatographie par échange d'ions.

### 5 Réactifs

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, sauf indication contraire, et de l'eau distillée, de l'eau déminéralisée ou de l'eau de pureté équivalente.

**5.1 Acide propionique** [CH<sub>3</sub> CH<sub>2</sub>COOH] de pureté ≥ 99,5 % en fraction massique.

**5.2 Acide sulfurique** [H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>] de fraction massique/volumique égale à 98 %.

**5.3 Eau**, de qualité CLHP (chromatographie liquide à haute performance).

**5.4 Phase mobile.**

Peser exactement 10,1 g d'acide sulfurique (5.2) et les transférer dans une fiole jaugée de 5 000 ml (6.3) contenant déjà 2 l d'eau (5.3), compléter jusqu'au repère avec de l'eau (5.3) et filtrer à l'aide du système de filtration sous vide (6.7).

**5.5 Solutions étalons.**

**5.5.1 Solution-mère étalon d'acide propionique**

Peser exactement 200 mg d'acide propionique (5.1) dans une fiole jaugée de 100 ml (6.3). Diluer jusqu'au repère avec la phase mobile (5.4), puis filtrer la solution-mère étalon à l'aide du système de filtration sous vide (6.7).

**5.5.2 Solutions étalons d'acide propionique**

Préparer deux autres solutions étalons en diluant la solution-mère étalon (5.5.1) dans de la phase mobile (5.4).

- 25 ml de solution-mère étalon dans une fiole jaugée de 50 ml (6.3). Diluer jusqu'au repère avec la phase mobile (5.4).
- 25 ml de solution-mère étalon dans une fiole jaugée de 100 ml (6.3). Diluer jusqu'au repère avec la phase mobile (5.4).

## 6 Appareillage

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

**6.1 Instrument de broyage** ou de râpage.

**6.2 Balance analytique**, d'une précision de 1 mg et d'une lisibilité de 0,1 mg.

**6.3 Fioles jaugées**, de 50 ml, 100 ml et 5 000 ml de capacité.

**6.4 Seringues à usage unique**, d'une capacité de 1 ml et équipées d'un filtre pour seringue en fluorure de polyvinylidène (PVDF) de 0,2 µm.

**6.5 Plaque chauffante à agitateur magnétique.**

**6.6 Centrifugeuse de laboratoire**, pouvant produire une accélération centrifuge d'environ 13 000g.

**6.7 Système de filtration sous vide**, équipé d'une membrane de filtration de 0,2 µm.

**6.8 Système de CLHP**, équipé du matériel suivant.

**6.8.1 Four à colonne**, réglé à 50 °C.



**6.8.2 Colonne échangeuse d'ions**, Aminex HPX 87 H BIO RAD<sup>1)</sup> (taille de colonne: 300 mm × 7,8 mm, granulométrie: 9 µm) équipée d'une précolonne Carbo H BIO RAD ou d'une colonne équivalente.

### 6.8.3 Conditions de la chromatographie.

- Phase mobile: H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,02 mol/l (5.4) sous hélium à 20 ml/min.
- Débit: 0,6 ml/min.
- Quantité injectée: 10 µl.
- Inverser la colonne et la rincer sous H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> à 0,02 mol/l pendant 4 h (nécessaire après chaque série analytique).

Un exemple de profil de chromatogramme de CLHP obtenu dans ces conditions est illustré à l'[Annexe A](#).

**6.8.4 Détecteur UV**, réglé sur 210 nm.

**6.8.5 Seringue d'injection** ou **système d'injection**, pouvant injecter 10 µl.

**6.8.6 Système d'intégration**, de préférence informatisé.

## 7 Échantillonnage

L'échantillonnage ne fait pas partie de la méthode indiquée dans le présent document. Une méthode d'échantillonnage recommandée est indiquée dans l'ISO 707 | FIL 50.

Il est important que le laboratoire reçoive un échantillon représentatif, non endommagé ou modifié lors du transport et du stockage.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fcb71e58-ed88-4cd4-a959-b3357ec062f9/iso-ts-19046-2-2017>

## 8 Préparation de l'échantillon pour essai

Avant l'analyse, broyer ou râper l'échantillon pour essai avec un instrument de broyage ou de râpage approprié (6.1), si nécessaire, après avoir retiré la croûte, la morge ou la surface moisie du fromage.

Peser, à 0,1 mg près, environ 5 g à 10 g de fromage dans un flacon en verre et noter la masse  $m_1$ . Ajouter environ 35 ml de phase mobile (5.4) dans l'échantillon pour essai.

- Mélanger à l'aide d'un agitateur magnétique (6.5) pendant 1 h à 70 °C.
- Refroidir la solution et la transférer dans une fiole jaugée de 50 ml. Diluer jusqu'au repère avec la phase mobile (5.4).

Filtrer la solution à l'aide d'un filtre pour seringue de 0,2 µm (6.4).

NOTE Une centrifugation à 13 000g pendant 10 min peut être appliquée si la filtration directe pose des difficultés.

---

1) Aminex HPX 87 H est un exemple de produit approprié disponible sur le marché. Ces informations sont données à l'intention des utilisateurs du présent document et ne signifient nullement que l'ISO ou la FIL approuve ou recommande l'emploi exclusif du produit ainsi désigné.