
**Lait, produits laitiers, formules
infantiles et produits nutritionnels
pour adultes — Détermination de la
teneur en chlorures — Méthode par
titrage potentiométrique**

*Milk, milk products, infant formula and adult nutritionals —
Determination of chloride — Potentiometric titration method*

(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview

ISO 21422:2018

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/c2152fac-b34d-4eb7-8a57-c728c89eb649/iso-21422-2018>



Numéros de référence
ISO 21422:2018(F)
FIL 242:2018:2018(F)

iTeh Standards
(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview

ISO 21422:2018

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/c2152fac-b34d-4eb7-8a57-c728c89eb649/iso-21422-2018>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO et FIL 2018

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, 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, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée 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 401 • Ch. de Blandonnet 8
CH-1214 Vernier, Genève
Tél.: +41 22 749 01 11

E-mail: copyright@iso.org
Web: www.iso.org

Publié en Suisse

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

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principe	1
5 Réactifs	1
6 Préparation des solutions	2
7 Appareillage	3
8 Préparation des échantillons	4
8.1 Poudres pour le lait, les produits laitiers et les formules infantiles	4
8.2 Fromages à pâte dure ou avec croûte	4
8.3 Beurre	4
9 Extraction	5
9.1 Fromage	5
9.2 Beurre	5
9.3 Lait, produits laitiers, formules infantiles et produits nutritionnels pour adultes	5
9.4 Mode opératoire	5
10 Conditions d'emploi de l'instrument	6
10.1 Vérification et entretien de l'électrode d'argent combinée	6
10.2 Titrage	6
10.3 Détermination des très faibles quantités de chlorures	6
10.4 Essai à blanc	6
11 Essai de performance	6
12 Calculs	7
13 Fidélité	8
13.1 Généralités	8
13.2 Répétabilité	8
13.3 Reproductibilité	9
14 Rapport d'essai	10
Annexe A (informative) Exemples de détermination du point final de titration	11
Annexe B (informative) Données de fidélité	13
Annexe C (informative) Comparaison des résultats obtenus en cas d'extraction de l'échantillon avec ou sans précipitation protéique supplémentaire	15
Bibliographie	17

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 attirée 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 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.

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 internationale du lait (FIL). Il est publié conjointement par l'ISO et la FIL, et séparément par l'AOAC INTERNATIONAL. La méthode décrite dans la présente Norme internationale est équivalente à la méthode officielle de l'AOAC 2016.03: titrage potentiométrique des chlorures dans le lait, les produits laitiers, la poudre de lactosérum, les formules infantiles et les produits nutritionnels pour adultes.

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse www.iso.org/fr/members.html.

La présente version corrigée de l'ISO 21422 | FIL 242:2018 inclut les corrections suivantes :

- en 5.1, la phrase a été révisée par "[...] une résistivité inférieure à 0,056 mS/cm (supérieure à 18 MΩ) [...]";
- à l'Article 12, la description de " V_1 " dans les Formules (1) and (2) a été révisée par " V_1 est le volume de solution d'AgNO₃ à 0,1 mol/l ou à 0,025 mol/l [...]".

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 attirée 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.

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*. Il est publié conjointement par l'ISO et la FIL.

Les travaux ont été confiés au groupe de projet mixte ISO/FIL C39 du Comité permanent chargé des Méthodes d'analyse pour la composition (SCAMC), sous la conduite de son chef de projet, monsieur E. Konings (CH).

ISO 21422:2018

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/c2152fac-b34d-4eb7-8a57-c728c89eb649/iso-21422-2018>

Lait, produits laitiers, formules infantiles et produits nutritionnels pour adultes — Détermination de la teneur en chlorures — Méthode par titrage potentiométrique

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode de détermination de la teneur en chlorures dans le lait, les produits laitiers, les formules infantiles et les produits nutritionnels pour adultes par titrage potentiométrique^{[1][2][3][4]} dans une plage analytique comprise entre 0,35 mg de chlorure/100 g et 711,6 mg de chlorure/100 g de produits ou de produits prêts à servir.

2 Références normatives

Le présent document ne contient aucune référence normative.

3 Termes et définitions

Aucun terme n'est défini dans le présent document.

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

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

4 Principe

Les chlorures sont extraits des échantillons par mélange dans de l'eau chaude ou directement à partir de produits prêts à servir (RTF). Après précipitation des protéines (facultatif), les ions chlorure sont titrés par titrage potentiométrique avec une solution étalon d'AgNO₃, en utilisant une électrode d'argent pour détecter le point final.

5 Réactifs

5.1 Eau, purifiée, ayant une résistivité inférieure à 0,056 mS/cm (supérieure à 18 MΩ) (EMD Millipore¹⁾ Corp., Billerica, MA, États-Unis, ou équivalent).

5.2 Chlorure de sodium (NaCl), d'une pureté ≥ 99,5 %, matériau de référence certifié pour la titrimétrie, Sigma Aldrich #71387¹ ou équivalent.

5.3 Nitrate d'argent (AgNO₃), conforme à la spécification analytique de la Pharmacopée européenne (Ph. Eur.), de la Pharmacopée britannique (BP) ou de la Pharmacopée américaine (USP), dosage 99,8 % à 100,5 %, Sigma-Aldrich 10220¹⁾ ou équivalent.

1) Ceci est un exemple de produit approprié disponible sur le marché. Cette information est donnée pour des raisons pratiques aux utilisateurs du présent document et ne signifie nullement que l'ISO ou la FIL approuve ou recommande ce produit. Des produits équivalents peuvent être utilisés s'il est démontré qu'ils conduisent aux mêmes résultats.

5.4 Ferrocyanure de potassium trihydraté ($K_4Fe(CN)_6 \cdot 3H_2O$), puriss, p.a., American Chemical Society (ACS) reagent, reag. ISO, reag. Ph. Eur., $\geq 99\%$, Sigma-Aldrich # 31524¹⁾ ou équivalent.

5.5 Acétate de zinc dihydraté ($Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$), ACS reagent puriss p.a., $\geq 99,0\%$, Sigma Aldrich # 96459¹⁾ ou équivalent.

5.6 Acide nitrique (HNO_3), minimum 65 % p.a., Merck #100452¹⁾ ou équivalent.

5.7 Solution étalon d'AgNO₃, concentration en substance $c = 0,1$ mol/l, Titripur® Reag. Ph. Eur. Reag. USP. # 1.09081.1000 ou EM3214-1, ou solution titrée étalon prête à l'emploi préparée conformément à GB/T 601[5]¹⁾ ou équivalent.

5.8 Solution étalon de NaCl, $c = 0,1000$ mol/l, Alfa Aesar¹⁾, # 35616, (Ward Hill, MA, États-Unis), ou équivalent.

5.9 Acide acétique glacial, 100 %, p.a., MERCK, # 100063¹⁾ ou équivalent.

5.10 Nitrate de potassium (KNO_3), p.a., MERCK, # 105063¹⁾ ou équivalent.

5.11 Acétone.

5.12 Diméthylpolysiloxane, agent antimousse, Sigma-Aldrich, #DMPS2C¹⁾ ou équivalent.

6 Préparation des solutions

6.1 Solution étalon d'AgNO₃, $c = 0,1$ mol/l.

Si aucune solution étalon d'AgNO₃ (5.3) prête à l'emploi n'est disponible, peser 16,989 0 g \pm 0,000 5 g d'AgNO₃ préalablement séché pendant 2 h à 120 °C \pm 2 °C. Dissoudre dans l'eau (5.1) et compléter jusqu'au trait dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Conserver dans un flacon à réactifs en verre brun.

Après la préparation, vérifier le titre en titrant 5,0 ml avec une solution de NaCl d'une concentration exacte de 0,1 mol/l. Qu'il s'agisse d'une solution du commerce ou d'une solution préparée en interne, vérifier le titre régulièrement. Conserver la solution étalon d'AgNO₃ à l'abri de la lumière pendant deux mois au maximum.

6.2 Solution de NaCl, $c = 0,1$ mol/l.

Si aucune solution étalon de NaCl (5.2) prête à l'emploi n'est disponible, peser 5,844 0 g \pm 0,000 5 g de NaCl préalablement séché pendant 2 h à 110 °C \pm 2 °C. Dissoudre dans l'eau (5.1) et compléter jusqu'au trait dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Cette solution est stable pendant un mois au maximum.

6.3 Solution de précipitation (Carrez) I.

Peser 106 g de ferrocyanure de potassium trihydraté (5.4) et transférer dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Dissoudre dans une quantité appropriée d'eau (5.1). Compléter jusqu'au trait avec de l'eau (5.1). Bien mélanger.

6.4 Solution de précipitation (Carrez) II.

Peser 220 g d'acétate de zinc dihydraté (5.5) et transférer dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Dissoudre dans une quantité appropriée d'eau (5.1) et ajouter 30 ml d'acide acétique glacial (5.9). Compléter jusqu'au trait avec de l'eau (5.1). Bien mélanger.

6.5 Solution de HNO_3 , $c = 4 \text{ mol/l}$.

Ajouter 100 ml de HNO_3 concentré (5.6) avec précaution dans 300 ml d'eau (5.1). Bien mélanger.

Selon les instructions du fabricant du passeur automatique d'échantillons/titrateur, cette solution peut être utilisée comme solution de lavage (par exemple acétone, solution d'acide nitrique ou autre).

6.6 Solution d' AgNO_3 , $c = 0,025 \text{ mol/l}$ (facultatif).

Transférer à la pipette 25 ml de solution d' AgNO_3 à 0,1 mol/l (6.1) dans une fiole jaugée de 100 ml. Compléter jusqu'au trait avec de l'eau (5.1). Préparer extemporanément avant utilisation. Vérifier ensuite le titre en titrant 25 ml avec une solution de NaCl à 0,025 mol/l.

6.7 Solution de NaCl , $c = 0,025 \text{ mol/l}$ (facultatif).

Transférer à la pipette 25 ml de solution de NaCl à 0,1 mol/l (6.2) dans une fiole jaugée de 100 ml. Compléter jusqu'au trait avec de l'eau (5.1). Préparer extemporanément avant utilisation.

6.8 Solution de KNO_3 , $c = 1 \text{ mol/l}$.

Peser 10,11 g de KNO_3 (5.10) dans une fiole jaugée de 100 ml. Ajouter environ 80 ml d'eau (5.1) et placer dans un nettoyeur à ultrasons (7.13), en chauffant jusqu'à dissolution complète. Refroidir à température ambiante et compléter jusqu'au trait avec de l'eau (5.1). Filtrer au moyen d'une seringue jetable à membrane de 0,45 μm (7.14) avant utilisation.

7 Appareillage

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

7.1 **Balances analytiques**, d'une précision de 0,01 mg et 0,1 mg.

7.2 **Centrifugeuse**, de table avec rotor pour tubes coniques de 50 ml, pouvant fonctionner à 4 °C et à $\geq 12\,000 g$.

7.3 **Tubes à centrifuger**, de 50 ml, coniques, en polypropylène.

7.4 **Pipettes**, de 1 ml, 10 ml, 20 ml, 50 ml et 100 ml, volumétriques ou automatiques, de Classe A conformément à l'ISO 1042[6].

7.5 **Fioles jaugées à un trait**, de 50 ml, 100 ml, 500 ml et 1 000 ml, de Classe A conformément à l'ISO 1042[6].

7.6 **Éprouvettes graduées**, de 25 ml, 100 ml et 500 ml, en verre.

7.7 **Bécher de passeur automatique d'échantillons**, par exemple de 120 ml, en fonction du titrateur utilisé.

7.8 **pH-mètre ou mV-mètre**, avec une échelle couvrant $\pm 700 \text{ mV}$.

7.9 **Titrateur automatique**, passeur automatique d'échantillons, burette à piston motorisé avec télécommande de distribution et de remplissage, ou burette en verre de 20 ml ou 25 ml.

Passeur automatique d'échantillons T50 Roundo Tower de Mettler avec logiciel Mettler LabX 3.1 ou 862 Compact Titrosampler de Metrohm avec moteur 800 Dosino et unité d'échange de 10 ml, ou équivalent. Sinon, il est possible d'utiliser un appareil semi-automatisé (par exemple Titrand 905/907 de Metrohm).

avec logiciel MetrohmTiamo™²⁾ ou équivalent, ou un titrateur manuel (utilisant une burette d'une précision de lecture de 0,01 ml).

7.10 Électrode d'argent combinée, par exemple DM 141 ou DMi145-SC de Mettler, Ag Titrode 6.0430.100²⁾ de Metrohm ou équivalent. Sinon, il est possible d'utiliser une électrode d'argent avec une électrode de référence.

7.11 Agitateur magnétique.

7.12 Bain-marie.

7.13 Nettoyeur à ultrasons.

7.14 Seringue jetable, de 3 ml, avec poussoir manuel et filtre-seringue jetable de 0,45 µm.

7.15 Broyeur homogénéisateur, capable de contenir et de broyer un volume de 100 ml.

8 Préparation des échantillons

8.1 Poudres pour le lait, les produits laitiers et les formules infantiles

Bien mélanger pour s'assurer que l'échantillon est homogène. Reconstituer les échantillons de poudre en dissolvant 25 g d'échantillon dans 200 ml d'eau chaude à 40 °C.

8.2 Fromages à pâte dure ou avec croûte

Avant de procéder à l'analyse, éliminer la croûte ou la morge ou la surface moisie du fromage, de façon à obtenir un échantillon représentatif du fromage tel qu'il est consommé. Broyer ou râper l'échantillon à l'aide d'un dispositif approprié. Mélanger rapidement la masse broyée ou râpée et, si possible, broyer ou râper une seconde fois et mélanger encore soigneusement. Si l'échantillon ne peut pas être broyé ou râpé, bien mélanger par un malaxage très poussé.

Transférer l'échantillon dans un récipient étanche en attendant l'analyse, qu'il convient d'effectuer dès que possible après le broyage. Si un délai est inévitable, prendre toutes précautions utiles pour assurer une conservation parfaite de l'échantillon et pour éviter une condensation d'eau sur la surface interne du récipient. Il convient que la température de conservation soit comprise entre 10 °C et 12 °C.

8.3 Beurre

Si l'échantillon est visiblement non homogène ou si l'historique de l'échantillon (âge, conditions de conservation) peut laisser présager une non-homogénéité, homogénéiser l'échantillon comme indiqué ci-dessous.

Chauffer l'échantillon dans le récipient d'origine non ouvert, rempli entre la moitié et les deux tiers, à une température à laquelle l'échantillon deviendra suffisamment mou pour faciliter le mélange complet jusqu'à un stade homogène (soit à l'aide d'un agitateur mécanique, soit à la main). Veiller à ce que la température de mélange ne dépasse pas 30 °C.

Refroidir l'échantillon à la température ambiante en mélangeant en continu jusqu'au refroidissement complet. Après quoi, dès que possible, ouvrir le récipient contenant l'échantillon et agiter brièvement (sans dépasser 10 s) avec un dispositif approprié tel qu'une cuillère ou une spatule, avant de peser.

2) Ce sont des exemples de produits appropriés disponibles sur le marché. Cette information est donnée pour des raisons pratiques aux utilisateurs du présent document et ne signifie nullement que l'ISO ou la FIL approuve ou recommande ces produits. Des produits équivalents peuvent être utilisés s'il est démontré qu'ils conduisent aux mêmes résultats.