
NORME INTERNATIONALE 2911

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION • МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ • ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

Laits concentrés sucrés – Détermination de la teneur en saccharose – Méthode polarimétrique

Sweetened condensed milk – Determination of sucrose content – Polarimetric method

iTeh STANDARD PREVIEW

Première édition – 1976-12-15 **(standards.iteh.ai)**

[ISO 2911:1976](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a00f0986-a18d-459f-9a82-a9c796d14583/iso-2911-1976)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a00f0986-a18d-459f-9a82-a9c796d14583/iso-2911-1976>

CDU 637.142 : 664.11 : 535.56

Réf. n° : ISO 2911-1976 (F)

Descripteurs : produit laitier, lait, lait concentré, produit sucré, analyse chimique, dosage, saccharose, méthode polarimétrique

AVANT-PROPOS

L'ISO (Organisation Internationale de Normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (Comités Membres ISO). L'élaboration des Normes Internationales est confiée aux Comités Techniques ISO. Chaque Comité Membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du Comité Technique correspondant. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO, participent également aux travaux.

Les Projets de Normes Internationales adoptés par les Comités Techniques sont soumis aux Comités Membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes Internationales par le Conseil de l'ISO.

La Norme Internationale ISO 2911 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 34, *Produits agricoles alimentaires*, et a été soumise aux Comités Membres en mars 1975.

Elle a été approuvée par les Comités Membres des pays suivants :

Allemagne	France	Pologne
Australie	Ghana	Portugal
Autriche	Hongrie	Roumanie
Belgique	Inde	Royaume-Uni
Brésil	Israël	Tchécoslovaquie
Bulgarie	Malaisie	Turquie
Canada	Mexique	Yougoslavie
Espagne	Nouvelle-Zélande	
Éthiopie	Pays-Bas	

Aucun Comité Membre n'a désapprouvé le document.

NOTE — La méthode spécifiée dans la présente Norme Internationale a été élaborée sur la base d'une norme de la Fédération Internationale de Laiterie.

Laits concentrés sucrés – Détermination de la teneur en saccharose – Méthode polarimétrique

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie une méthode polarimétrique de détermination de la teneur en saccharose des laits concentrés sucrés.

La méthode est applicable, aux laits concentrés sucrés entiers ou écrémés partiellement ou complètement, de composition normale, préparés à partir de lait et de saccharose exclusivement et ne contenant pas de saccharose transformé.

2 RÉFÉRENCES

ISO/R 707, *Lait et produits laitiers – Méthode d'échantillonnage*.

ISO/R 1737, *Lait concentré sucré ou non sucré – Détermination de la teneur en matière grasse (Méthode de référence)*.

3 DÉFINITION

teneur en saccharose du lait concentré sucré : Teneur en saccharose non transformé, exprimée en pourcentage en masse et déterminée selon la méthode spécifiée ci-après.

4 PRINCIPE

Traitement par l'hydroxyde d'ammonium, de façon à conduire la mutarotation du lactose à son équilibre final. Neutralisation. Clarification par additions successives d'acétate de zinc et d'hexacyanoferrate(II) de potassium, puis filtration.

Détermination du pouvoir rotatoire sur une partie du filtrat.

Sur une autre partie du filtrat, inversion du saccharose (basée sur le principe de Clerget), au moyen d'une légère hydrolyse acide, laissant pratiquement intacts le lactose et les autres sucres.

À partir du changement de pouvoir rotatoire, calcul de la teneur en saccharose.

5 RÉACTIFS

Tous les réactifs doivent être de pureté analytique. L'eau utilisée doit être de l'eau distillée ou de l'eau de pureté au moins équivalente.

5.1 Acétate de zinc, solution 2,0 N.

Dissoudre 21,9 g d'acétate de zinc dihydraté [$\text{Zn}(\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$] et 3 ml d'acide acétique cristallisable dans de l'eau, et compléter à 100 ml.

5.2 Hexacyanoferrate(II) de potassium, solution 1,0 N.

Dissoudre 10,6 g d'hexacyanoferrate(II) de potassium trihydraté [$\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$] dans de l'eau et compléter à 100 ml.

5.3 Acide chlorhydrique, solution $6,35 \pm 0,20$ N [20 à 22 % (m/m)].

5.4 Hydroxyde d'ammonium, solution $2,0 \pm 0,2$ N [3,5 % (m/m)].

5.5 Acide acétique, solution $2,0 \pm 0,2$ N [12 % (m/m)], de normalité connue exactement.

6 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et notamment :

6.1 Balance analytique.

6.2 Bêcher en verre, de 100 ml.

6.3 Fioles jaugées, de 200 ml et 50 ml, conformes à la classe A de l'ISO 1042.

6.4 Pipette, de 20 ml, conforme à la classe A de l'ISO/R 648, ou de 40 ml, de précision équivalente.

6.5 Éprouvettes graduées, de 25 ml.

6.6 Pipettes graduées, de 10 ml.

6.7 Entonnoir filtrant, diamètre 8 à 10 cm, et **filtres en papier plissé** (pour filtration moyenne), diamètre 15 cm.

6.8 Tube de polarimètre, longueur exacte 2 dm.

6.9 Polarimètre, ou saccharimètre :

6.9.1 Polarimètre, à lumière de sodium ou à lumière verte de mercure (lampe à vapeur de mercure avec prisme ou écran Wratten n° 77A), permettant une lecture d'une précision au moins égale à 0,05 degré d'angle.

6.9.2 Saccharimètre, à échelle internationale de sucre, utilisant de la lumière blanche passant à travers un filtre de 15 mm d'épaisseur d'une solution à 6 % de dichromate de potassium, ou bien de la lumière de sodium, et permettant une lecture d'une précision au moins égale à 0,1 degré de l'échelle saccharimétrique internationale.

6.10 Bains d'eau, réglables respectivement à 40 °C et à 60 ± 1 °C.

7 ÉCHANTILLONNAGE

Voir ISO/R 707.

8 MODE OPÉRATOIRE

8.1 Préparation de l'échantillon pour essai

8.1.1 Échantillons de produits fraîchement préparés, dans lesquels aucune séparation appréciable des composants n'est à prévoir

Ouvrir le récipient, réintroduire dans le récipient le produit adhérent au couvercle, et mélanger intimement, par un mouvement de cuillère, de haut en bas, de façon que les couches supérieures ainsi que le contenu du fond du récipient soient mélangés. Lorsque le produit est dans une boîte, transvaser le contenu de la boîte dans un bocal muni d'un couvercle bien adapté. Lorsque le produit est dans un tube souple, transvaser le plus possible du contenu dans un bocal muni d'un couvercle bien adapté, puis découper l'ouverture du tube, gratter tout le produit adhérent à l'intérieur et le transvaser dans le bocal. Mélanger le contenu du bocal comme cela vient d'être décrit.

8.1.2 Échantillons de produits plus anciens, et échantillons dans lesquels une séparation des composants est à prévoir

Chauffer, sur un bain d'eau (6.10) réglé à environ 40 °C, jusqu'à ce que l'échantillon ait presque atteint cette température, ouvrir le récipient et procéder de la même manière qu'en 8.1.1. Lorsque le produit est dans une boîte ou dans un tube, transvaser le contenu dans un bocal, gratter le produit adhérent aux parois (dans le cas d'un tube souple, après avoir découpé l'ouverture) et continuer à mélanger jusqu'à ce que toute la masse soit homogène, en réduisant

la taille des gros cristaux en les écrasant au moyen d'une baguette en verre. Fermer le bocal avec un couvercle bien adapté. Laisser refroidir.

8.2 Contrôle de la méthode

Dans le but de contrôler la méthode, les réactifs et les appareils, procéder à une détermination en double comme décrit ci-après, en utilisant un mélange formé de 100 g de lait entier (ou de 110 g de lait écrémé) et de 18,00 g de saccharose pur. Ce mélange correspond à 40,00 g d'un lait concentré contenant 45,0 % de saccharose.

Calculer la teneur en saccharose à l'aide de la formule de 9.1, en utilisant, dans la formule (2) : pour m , la quantité de lait pesé; pour F , la teneur en matières grasses de ce lait; et pour P , la teneur en protéines de ce lait. Dans la formule (1), utiliser pour m la valeur 40,00.

La moyenne des valeurs trouvées doit se situer dans la zone 45 ± 0,1 % (m/m).

8.3 Détermination

8.3.1 Dans le bécher (6.2), peser, à 0,01 g près, une prise d'essai d'environ 40 g de l'échantillon pour essai convenablement mélangé. Ajouter 50 ml d'eau chaude (80 à 90 °C) et mélanger soigneusement.

8.3.2 Transvaser quantitativement le mélange dans la fiole jaugée de 200 ml (6.3), rincer plusieurs fois le bécher avec de l'eau à 60 °C, jusqu'à ce que le volume total soit compris entre 120 et 150 ml. Mélanger et refroidir à 20 ± 2 °C.

8.3.3 Ajouter 5 ml de la solution d'hydroxyde d'ammonium (5.4). Mélanger de nouveau et laisser reposer durant 15 min à 20 ± 2 °C.

8.3.4 Neutraliser l'hydroxyde d'ammonium en ajoutant la quantité stœchiométrique de la solution d'acide acétique (5.5). Mélanger.

8.3.5 Ajouter, en mélangeant doucement par rotation de la fiole inclinée, 12,5 ml de la solution d'acétate de zinc (5.1).

8.3.6 En opérant de la même manière que pour l'addition de la solution d'acétate de zinc, ajouter 12,5 ml de la solution d'hexacyanoferrate(II) de potassium (5.2).

8.3.7 Porter à 20 °C le contenu de la fiole et compléter au volume avec de l'eau à 20 °C.

NOTE — Jusqu'à ce stade, toutes les additions d'eau ou de réactifs doivent être effectuées de manière à éviter la formation de bulles d'air et, pour la même raison, tous les mélanges doivent être réalisés par rotation de la fiole plutôt que par secousses. Si l'on constate la présence de bulles d'air avant d'avoir complété au volume (200 ml), on peut les éliminer en reliant la fiole à une pompe à vide et en lui imprimant un mouvement de rotation.

8.3.8 Boucher la fiole avec un bouchon sec et mélanger soigneusement en secouant énergiquement.

8.3.9 Laisser le précipité se déposer durant quelques minutes, filtrer ensuite la solution sur papier filtre sec en rejetant les premiers 25 ml du filtrat.

8.4 Polarisation directe

Déterminer le pouvoir rotatoire du filtrat (8.3.9) à 20 ± 2 °C.

8.5 Inversion

Introduire, à la pipette (6.4), dans la fiole jaugée de 50 ml (6.3), 40 ml du filtrat (8.3.9) (2 fois 20 ml si l'on ne dispose pas d'une pipette de 40 ml). Ajouter 6,0 ml de la solution d'acide chlorhydrique (5.3).

Placer la fiole dans un bain d'eau (6.10) réglé à 60 ± 1 °C, durant 15 min, la fiole étant immergée jusqu'à la naissance du col. Mélanger par rotation durant les premières 5 min, au cours desquelles le contenu de la fiole devra avoir atteint la température du bain. Refroidir à 20 °C et compléter au volume avec de l'eau à 20 °C. Mélanger et laisser reposer durant 1 h à cette température.

8.6 Polarisation après inversion

Déterminer le pouvoir rotatoire de la solution intervertie à 20 ± 2 °C. (Si la température du liquide dans le tube de polarisation diffère de plus de 0,2° par rapport à 20 °C pendant le mesurage, le facteur de correction pour la température, donné dans la note 2 de 9.1, doit être appliqué.)

m ayant la même signification que ci-dessus;

F étant le pourcentage en masse de matière grasse de l'échantillon, déterminé selon l'ISO/R 1737;

P étant le pourcentage en masse de protéines (6,38 fois la teneur en azote) de l'échantillon.

NOTES

1 En pesant exactement 40,00 g de lait concentré sucré, et en utilisant un polarimètre à la lumière de sodium, gradué en degrés d'angle, et un tube de polarimètre de 2 dm de longueur à $20,0 \pm 0,1$ °C, la teneur en saccharose des laits concentrés sucrés normaux [c'est-à-dire lorsque C , défini en 9.2, est 9 % (m/m)] peut être calculée à l'aide de la formule

$$S = (A - 1,25 B) (2,833 - 0,006 12 F - 0,008 78 P)$$

2 Si le mesurage de la polarisation après inversion est effectué à une température, t , autre que $20 \pm 0,2$ °C, la valeur de B doit être multipliée par

$$1 + 0,003 7 (t - 20)$$

et cette valeur corrigée doit être utilisée pour le calcul.

9.2 Valeurs du facteur d'inversion, Q

Les formules suivantes donnent des valeurs précises de Q pour diverses sources de lumière, avec des corrections, le cas échéant, pour la concentration et la température.

Lumière de sodium, et polarimètre gradué en degrés d'angle :

$$Q = 0,882,5 + 0,000 6 (C - 9) - 0,003 3 (t - 20)$$

Lumière verte de mercure, et polarimètre gradué en degrés d'angle :

$$Q = 1,039 2 + 0,000 7 (C - 9) - 0,003 9 (t - 20)$$

Lumière blanche avec écran au dichromate ou lumière de sodium, et saccharimètre gradué en degrés saccharimétriques internationaux :

$$Q = 2,549 + 0,001 7 (C - 9) - 0,009 5 (t - 20)$$

où

C est le pourcentage en masse des sucres totaux dans la solution intervertie, selon la lecture polarimétrique;

t est la température, en degrés Celsius, de la solution intervertie, lors de la lecture polarimétrique.

NOTES

1 Le pourcentage des sucres totaux, C , dans la solution intervertie, peut être calculé à partir de la lecture directe et de la variation après inversion, selon la méthode habituelle, en utilisant les valeurs usuelles de rotation spécifique du saccharose, du lactose et du saccharose interverti.

La correction, $0,000 6 (C - 9)$ etc., n'est exacte que lorsque C est égal environ à 9; pour du lait concentré normal, cette correction peut être négligée, C étant alors très voisin de 9.

2 Les écarts de température, par rapport à 20 °C, n'influencent que faiblement la lecture de la polarisation directe. Par contre, des écarts de plus de 0,2 °C lors de la lecture de polarisation après inversion, rendent une correction nécessaire. Le facteur de correction donné dans la note 2 de 9.1 n'est exact que pour des températures comprises entre 18 et 22 °C.

ITC STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 2911:1976
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a00f0986-a18d-459f-9a82-a9c796d14583/iso-2911-1976>

9 EXPRESSION DES RÉSULTATS

9.1 Mode de calcul et formules

La teneur en saccharose, S , de l'échantillon, exprimée en pourcentage en masse, est égale à

$$\frac{A - 1,25 B}{Q} \times \frac{V - \Delta V}{V} \times \frac{V}{L \times m} \quad \dots (1)$$

où

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai (8.3.1);

A est le pouvoir rotatoire avant inversion (8.4);

B est le pouvoir rotatoire après inversion (8.6);

L est la longueur, en décimètres, du tube polarimétrique;

Q est le facteur d'inversion, calculé comme indiqué en 9.2;

V est le volume, en millilitres, de la dilution avant filtration (8.3.7);

ΔV est la correction, en millilitres, du volume du précipité formé lors de la clarification :

$$\Delta V = \frac{m}{100} (1,08 F + 1,55 P) \quad \dots (2)$$

9.3 Répétabilité

La différence entre les résultats de deux déterminations, effectuées simultanément ou rapidement l'une après l'autre par le même analyste, ne doit pas dépasser 0,3 g de saccharose pour 100 g de lait concentré sucré.

10 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

Le procès-verbal d'essai doit indiquer la méthode utilisée et les résultats obtenus. Il doit, en outre, mentionner tous les détails opératoires non prévus dans la présente Norme Internationale, ou facultatifs, ainsi que les incidents éventuels susceptibles d'avoir agi sur les résultats.

Le procès-verbal d'essai doit donner tous les renseignements nécessaires à l'identification complète de l'échantillon.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2911:1976

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a00f0986-a18d-459f-9a82-a9c796d14583/iso-2911-1976>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2911:1976

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a00f0986-a18d-459f-9a82-a9c796d14583/iso-2911-1976>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2911:1976

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a00f0986-a18d-459f-9a82-a9c796d14583/iso-2911-1976>