
Norme internationale



2962

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

Fromages et fromages fondus — Détermination de la teneur en phosphore total — Méthode par spectrométrie d'absorption moléculaire

Cheese and processed cheese products — Determination of total phosphorus content — Molecular absorption spectrometric method

iTeh STANDARD PREVIEW

Deuxième édition — 1984-06-01 (standards.iteh.ai)

[ISO 2962:1984](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a47396f2-7277-4ec8-8c78-eee5ac5a281f/iso-2962-1984>



CDU 637.3 : 543.42 : 546.18

Réf. n° : ISO 2962-1984 (F)

Descripteurs : produit agricole, produit laitier, fromage, fromage fondu, analyse chimique, dosage, phosphore, méthode spectrophotométrique.

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 confiée aux comités techniques de l'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 2962 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits agricoles alimentaires*, et a été soumise aux comités membres en février 1983.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée : [ISO 2962:1984](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a47396f2-7277-4ec8-8c78-eee5ac5a2400/iso-2962-1984>

Afrique du Sud, Rép. d'	France	Portugal
Allemagne, R. F.	Hongrie	Roumanie
Australie	Inde	Suisse
Autriche	Iran	Tanzanie
Belgique	Iraq	Tchécoslovaquie
Bulgarie	Kenya	Turquie
Canada	Malaisie	URSS
Corée, Rép. de	Mexique	Venezuela
Corée, Rép. dém. p. de	Nouvelle-Zélande	Yougoslavie
Égypte, Rép. arabe d'	Pays-Bas	
Espagne	Pologne	

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 2962-1974).

NOTE — La méthode spécifiée dans la présente Norme internationale a été élaborée conjointement avec la FIL (Fédération internationale de laiterie) et l'AOAC (Association des chimistes analytiques officiels), et sera également publiée par ces organisations.

Fromages et fromages fondus — Détermination de la teneur en phosphore total — Méthode par spectrométrie d'absorption moléculaire

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode par spectrométrie d'absorption moléculaire pour la détermination de la teneur en phosphore total du fromage. La méthode est applicable à toutes les sortes de fromages et aux fromages fondus.

2 Référence

ISO 707, *Lait et produits laitiers — Méthodes d'échantillonnage*.

3 Principe

Minéralisation du fromage par l'acide sulfurique concentré et le peroxyde d'hydrogène.

Formation de bleu de molybdène par addition d'une solution de molybdate de sodium-acide ascorbique. Mesurage par spectrométrie d'absorption moléculaire à une longueur d'onde de 820 nm, de la coloration bleue obtenue.

NOTE — La minéralisation par voie sèche peut être utilisée pourvu que le mode opératoire donne les mêmes résultats que la minéralisation par voie humide.

4 Réactifs

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique reconnue et l'eau utilisée doit être de l'eau distillée ou désionisée, exempte de composés du phosphore.

4.1 Acide sulfurique concentré (H_2SO_4),
 $\rho_{20} = 1,84$ g/ml.

4.2 Peroxyde d'hydrogène, solution contenant environ 30 g de H_2O_2 par 100 ml.

4.3 Molybdate-acide ascorbique, solution.

4.3.1 Molybdate de sodium, solution.

Dissoudre 12,5 g de molybdate de sodium dihydraté ($\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) dans une solution d'acide sulfurique à 5 mol/l, compléter avec cette solution d'acide sulfurique à 500 ml et homogénéiser.

4.3.2 Acide ascorbique, solution.

Dissoudre 10 g d'acide ascorbique ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$) dans de l'eau, compléter à 200 ml et homogénéiser.

NOTE — Cette solution ne se conserve pas.

4.3.3 Mélange des solutions.

Immédiatement avant utilisation, mélanger 25 ml de la solution 4.3.1 avec 10 ml de la solution 4.3.2, compléter à 100 ml avec de l'eau et homogénéiser.

4.4 Phosphore, solution étalon correspondant à 100 μg de P par ml.

Sécher durant au moins 48 h environ 1 g de dihydrogène-orthophosphate de potassium (KH_2PO_4) dans un dessiccateur muni d'un agent déshydratant efficace, par exemple de l'acide sulfurique concentré.

Dissoudre dans de l'eau 0,439 4 g de phosphate préalablement séché, compléter à 1 000 ml et homogénéiser.

5 Appareillage

Toute la verrerie doit être soigneusement nettoyée avec un détergent exempt de phosphore, puis rincée avec de l'eau distillée.

5.1 Balance analytique.

5.2 Appareil pour broyer ou râper le fromage, pouvant être nettoyé facilement.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a47396f2-7277-4ec8-8c78-eee5ac5a281f/iso-2962-1984>

Fromages et fromages fondus — Détermination de la teneur en phosphore total — Méthode par spectrométrie d'absorption moléculaire

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode par spectrométrie d'absorption moléculaire pour la détermination de la teneur en phosphore total du fromage. La méthode est applicable à toutes les sortes de fromages et aux fromages fondus.

2 Référence

ISO 707, *Lait et produits laitiers — Méthodes d'échantillonnage*.

3 Principe

Minéralisation du fromage par l'acide sulfurique concentré et le peroxyde d'hydrogène.

Formation de bleu de molybdène par addition d'une solution de molybdate de sodium-acide ascorbique. Mesurage par spectrométrie d'absorption moléculaire à une longueur d'onde de 820 nm, de la coloration bleue obtenue.

NOTE — La minéralisation par voie sèche peut être utilisée pourvu que le mode opératoire donne les mêmes résultats que la minéralisation par voie humide.

4 Réactifs

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique reconnue et l'eau utilisée doit être de l'eau distillée ou désionisée, exempte de composés du phosphore.

4.1 Acide sulfurique concentré (H_2SO_4),
 $\rho_{20} = 1,84$ g/ml.

4.2 Peroxyde d'hydrogène, solution contenant environ 30 g de H_2O_2 par 100 ml.

4.3 Molybdate-acide ascorbique, solution.

4.3.1 Molybdate de sodium, solution.

Dissoudre 12,5 g de molybdate de sodium dihydraté ($Na_2MoO_4 \cdot 2H_2O$) dans une solution d'acide sulfurique à 5 mol/l, compléter avec cette solution d'acide sulfurique à 500 ml et homogénéiser.

4.3.2 Acide ascorbique, solution.

Dissoudre 10 g d'acide ascorbique ($C_6H_8O_6$) dans de l'eau, compléter à 200 ml et homogénéiser.

NOTE 1 Cette solution ne se conserve pas.

4.3.3 Mélange des solutions.

Immédiatement avant utilisation, mélanger 25 ml de la solution 4.3.1 avec 10 ml de la solution 4.3.2, compléter à 100 ml avec de l'eau et homogénéiser.

4.4 Phosphore, solution étalon correspondant à 100 μg de P par ml.

Sécher durant au moins 48 h environ 1 g de dihydrogène-orthophosphate de potassium (KH_2PO_4) dans un dessiccateur muni d'un agent déshydratant efficace, par exemple de l'acide sulfurique concentré.

Dissoudre dans de l'eau 0,439 4 g de phosphate préalablement séché, compléter à 1 000 ml et homogénéiser.

5 Appareillage

Toute la verrerie doit être soigneusement nettoyée avec un détergent exempt de phosphore, puis rincée avec de l'eau distillée.

5.1 Balance analytique.

5.2 Appareil pour broyer ou râper le fromage, pouvant être nettoyé facilement.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2962:1984
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a47396f2-7277-4ec8-8c78-eee5ac5a281f/iso-2962-1984>

5.3 Bain d'eau bouillante.

5.4 Ballons ou tubes d'attaque (Kjeldahl), de 25 ml de capacité.

5.5 Appareil de chauffage

5.5.1 Microbrûleurs à gaz, pour les ballons Kjeldahl de chauffage.

NOTE — Un chauffage électrique peut également être utilisé.

5.5.2 Bloc de chauffage, pour le chauffage des tubes d'attaque.

5.6 Billes de verre.

5.7 Éprouvettes graduées, de 5 et 25 ml de capacités.

5.8 Fioles jaugées, de 50 et 100 ml de capacités.

5.9 Pipettes, capables de délivrer 1, 2, 3, 5 et 10 ml.

5.10 Spectromètre, permettant des mesures à une longueur d'onde de 820 nm, équipé de cuves de 10 mm de parcours optique.

6 Échantillonnage

6.1 Voir ISO 707.

6.2 Conserver l'échantillon de façon à éviter toute détérioration et tout changement dans sa composition.

7 Mode opératoire

7.1 Préparation de l'échantillon pour essai

Enlever la croûte, la morge ou la couche superficielle moisie du fromage, de façon à obtenir un échantillon pour essai représentatif du fromage tel qu'il est habituellement consommé. Broyer ou râper l'échantillon au moyen d'un appareil approprié (5.2). Mélanger rapidement la masse broyée ou râpée; si possible, broyer ou râper une seconde fois et homogénéiser à nouveau. Si l'échantillon ne peut être broyé ni râpé, l'homogénéiser par forte agitation et malaxage.

Transvaser l'échantillon pour essai dans un récipient étanche à l'air en vue de l'analyse qui doit être effectuée aussi rapidement que possible après le broyage ou le râpage. S'il est indispensable de conserver l'échantillon pendant un certain temps, prendre toutes les précautions pour assurer sa conservation convenable et pour éviter la condensation d'humidité sur la surface intérieure du récipient.

Nettoyer l'appareil après le broyage ou le râpage de l'échantillon.

7.2 Détermination

7.2.1 Dans un ballon d'attaque (5.4), peser, à 1 mg près, une prise d'essai de 0,5 à 1,0 g de l'échantillon pour essai.

Ajouter trois billes de verre et 4 ml d'acide sulfurique concentré (4.1).

NOTE — Si la teneur en eau du fromage est inférieure à 50 % (*m/m*), une prise d'essai d'environ 0,5 g est suffisante. Dans le cas du fromage frais, une prise d'essai d'environ 1,0 g peut être prélevée.

7.2.2 Chauffer le ballon d'attaque sous une hotte bien ventilée.

NOTE — Le ballon Kjeldahl doit être placé en position inclinée.

Contrôler la hauteur de la flamme afin de limiter la production de mousse dans le ballon. Il peut y avoir de la mousse dans le col du ballon, mais la mousse ne doit pas s'en échapper.

Laisser le mélange bouillir lentement. Éviter des surchauffes locales et éviter de chauffer le ballon au-dessus de la surface du liquide.

7.2.3 Dès que cesse la formation de mousse, refroidir jusqu'à la température ambiante. Ajouter, avec précaution, quelques gouttes de la solution de peroxyde d'hydrogène (4.2), chauffer à nouveau, et répéter ces opérations jusqu'à ce que le contenu du ballon soit devenu limpide et incolore. Au cours du chauffage, mélanger le contenu du ballon, en agitant de temps en temps. Éviter des surchauffes locales.

7.2.4 Rincer le col du ballon avec environ 2 ml d'eau, et chauffer à nouveau jusqu'à ce que l'eau se soit évaporée.

Laisser le liquide bouillir durant 30 min après décoloration, afin d'éliminer toutes traces de peroxyde d'hydrogène. Éviter des surchauffes locales.

7.2.5 Refroidir à la température ambiante. Transvaser quantitativement le liquide dans une fiole jaugée de 100 ml (5.8). Compléter au trait repère avec de l'eau et bien mélanger.

7.2.6 Introduire dans une fiole jaugée de 50 ml (5.8), 1 ml de la solution précédente, prélevé à la pipette, et diluer avec environ 25 ml d'eau. Ajouter 20 ml de la solution molybdate-acide ascorbique (4.3.3). Compléter au trait repère avec de l'eau et bien mélanger.

7.2.7 Placer la fiole dans le bain d'eau bouillante (5.3), et la laisser chauffer durant 15 min.

7.2.8 Refroidir jusqu'à la température ambiante, dans un bain d'eau froide. Dans un délai de 1 h, mesurer l'absorbance de la solution par rapport à celle de la solution de l'essai à blanc (voir 7.4) à une longueur d'onde de 820 nm.

7.3 Courbe d'étalonnage

7.3.1 Introduire, dans une fiole jaugée de 100 ml (5.8), 10 ml de la solution étalon de phosphore (4.4), prélevés à la pipette. Compléter au trait repère avec de l'eau et bien mélanger.

7.3.2 Dans une série de cinq fioles jaugées de 50 ml (5.8), introduire à l'aide d'une pipette, respectivement 0, 1, 2, 3 et 5 ml de la solution étalon diluée (7.3.1), c'est-à-dire respectivement l'équivalent de 0, 10, 20, 30 et 50 µg de P. Compléter le contenu de chaque fiole à 20 ml environ avec de l'eau.

7.3.3 Ajouter au contenu de chaque fiole 20 ml de la solution de molybdate-acide ascorbique (4.3.3). Compléter au trait repère avec de l'eau et bien mélanger.

Procéder comme spécifié en 7.2.7.

7.3.4 Refroidir jusqu'à la température ambiante, dans de l'eau froide. Dans un délai de 1 h, mesurer l'absorbance de chacune de ces solutions d'étalonnage par rapport à l'eau à une longueur d'onde de 820 nm.

7.3.5 Tracer la courbe de ces absorbances en fonction des quantités de phosphore ajoutées.

7.4 Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc en suivant le mode opératoire spécifié en 7.2, mais sans la prise d'essai.

8 Expression des résultats

8.1 Mode de calcul

La teneur en phosphore total, exprimée en pourcentage en masse, est égale à

$$\frac{m_1}{100 m_0}$$

où

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai;

m_1 est la masse, en microgrammes, de phosphore, lue sur la courbe d'étalonnage (ou calculée à partir de la courbe de régression par la méthode des moindres carrés).

Exprimer le résultat avec deux décimales.

8.2 Répétabilité

La différence entre deux résultats obtenus sur un matériel d'essai identique par un analyste utilisant le même appareillage dans un court intervalle de temps, ne doit pas dépasser 0,03 g de phosphore pour 100 g de produit en moyenne dans plus d'un cas sur 20, dans des conditions opératoires de la méthode normales et correctes.

8.3 Reproductibilité

La différence entre deux résultats séparés et indépendants obtenus par deux opérateurs différents dans des laboratoires différents sur un matériel d'essai identique ne doit pas dépasser 0,06 g de phosphore pour 100 g en moyenne dans plus d'un cas sur 20 dans des conditions opératoires de la méthode normales et correctes.

9 Procès-verbal d'essai

Le procès-verbal d'essai doit indiquer la méthode utilisée et le résultat obtenu. 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 le résultat.

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 2962:1984

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sis/4-00000000-0000-0000-0000-000000000000/iso-2962-1984>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2962:1984

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a47396f2-7277-4ec8-8c78-eee5ac5a281f/iso-2962-1984>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2962:1984

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a47396f2-7277-4ec8-8c78-eee5ac5a281f/iso-2962-1984>