
Norme internationale



5543

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

Caséines et caséinates — Détermination de la teneur en matière grasse — Méthode gravimétrique (Méthode de référence)

Caseins and caseinates — Determination of fat content — Gravimetric method (Reference method)

Première édition — 1986-04-15

Corrigée et réimprimée — 1987-09-01

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 5543:1986](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/46a601be-d684-4f53-84c0-e194950cbeb6/iso-5543-1986)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/46a601be-d684-4f53-84c0-e194950cbeb6/iso-5543-1986>

CDU 637.147.2 : 543.85

Réf. n° : ISO 5543-1986 (F)

Descripteurs : produit agricole, produit laitier, caséine, analyse chimique, dosage, corps gras, méthode gravimétrique.

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 créé à cet effet. 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. Les Normes internationales sont approuvées conformément aux procédures de l'ISO qui requièrent l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 5543 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits agricoles alimentaires*.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/46a601be-d684-4f53-84c0-714d837ebef6/iso-5543-1986>

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.

L'attention des utilisateurs est attirée sur le fait que toutes les Normes internationales sont de temps en temps soumises à révision et que toute référence faite à une autre Norme internationale dans le présent document implique qu'il s'agit, sauf indication contraire, de la dernière édition.

Caséines et caséinates — Détermination de la teneur en matière grasse — Méthode gravimétrique (Méthode de référence)

0 Introduction

La présente Norme internationale a été établie en vue de préparer une série de méthodes, harmonisées le mieux possible, pour la détermination de la matière grasse du lait, des produits laitiers et des aliments à base de lait.

Une méthode basée sur le principe de Schmid-Bondzynski-Ratzlaff (SBR), comprenant l'attaque par de l'acide chlorhydrique, a été retenue pour les raisons suivantes :

a) de nombreuses caséines ne se dissolvent pas dans l'hydroxyde d'ammonium parce qu'elles contiennent ou sont composées de grumeaux, ou sont peu ou pas solubles en tant que telles (par exemple, caséine-présure). Elles ne peuvent donc pas être examinées selon la méthode Röse-Gottlieb (RG) utilisée pour le lait et la plupart des produits laitiers;

b) étant donné leur faible teneur en lactose, [moins de 5 % (*m/m*) de matière sèche], toutes les caséines et les caséinates peuvent être examinées selon la méthode SBR. Celle-ci a l'avantage, par rapport à la méthode de Weibull, d'utiliser le même appareillage que pour la méthode RG et demande moins de temps;

c) les méthodes basées sur le principe SBR sont largement appliquées dans beaucoup de pays en tant que méthodes officielles, ou sont normalisées pour l'examen de l'ensemble des caséines et caséinates.

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie la méthode de référence pour la détermination de la teneur en matière grasse de tous les types de caséines et caséinates.

2 Références

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

ISO 3889, *Lait et produits laitiers — Détermination de la teneur en matière grasse — Fioles d'extraction, type Mojonier*.

ISO 5550, *Caséines et caséinates — Détermination de la teneur en eau (Méthode de référence)*.

3 Définition

teneur en matière grasse des caséines et caséinates :
Toutes les substances déterminées selon la méthode décrite dans la présente Norme internationale.

Elle est exprimée en pourcentage en masse.

4 Principe

Minéralisation d'une prise d'essai avec de l'acide chlorhydrique, puis après addition d'éthanol, extraction d'une solution ammoniac-éthanolique au moyen d'oxyde diéthylique et d'éther de pétrole, élimination des solvants par distillation ou évaporation, et détermination de la masse des substances extraites qui sont solubles dans l'éther de pétrole. (Méthode habituellement dite de Schmid-Bondzynski-Ratzlaff.)

5 Réactifs

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique reconnue et ne doivent pas laisser de résidu appréciable lorsque la détermination est effectuée selon la méthode décrite. L'eau utilisée doit être de l'eau distillée ou de l'eau de pureté au moins équivalente.

Pour vérifier la qualité des réactifs, effectuer un essai à blanc comme mentionné en 8.3. Pour les contrôles de masse (voir 10.1), utiliser un récipient vide de récupération de la matière grasse vide, préparé comme mentionné en 8.4. Les réactifs ne doivent pas laisser de résidus supérieurs à 0,5 mg.

Si les résidus des réactifs de l'essai à blanc complet sont supérieurs à 0,5 mg, déterminer les résidus des solvants séparément en distillant respectivement 100 ml d'oxyde diéthylique et d'éther de pétrole. Utiliser un récipient de contrôle vide pour obtenir la masse réelle de résidus qui ne doit pas être supérieure à 0,5 mg.

Remplacer les réactifs ou solvants non satisfaisants, ou redistiller les solvants.

5.1 Acide chlorhydrique, solution $\approx \rho_{20}$ 1,125 g/ml. (Voir également la note en 8.5.1.)

Diluer 675 ml d'acide chlorhydrique concentré, $\rho_{20} = 1,18$ g/ml, à 1 000 ml avec de l'eau.

5.2 Éthanol, ou **éthanol dénaturé au méthanol** à au moins 94 % (V/V).

(Voir 10.5.)

5.3 Oxyde diéthylique, exempt de peroxydes (voir 10.3) ne contenant pas, ou contenant pas plus de 2 mg/kg d'antioxygènes en se conformant aux prescriptions de l'essai à blanc (voir chapitre 5 et aussi 10.1 et 10.4).

5.4 Éther de pétrole, ayant un point d'ébullition entre 30 et 60 °C.

5.5 Mélange de solvants, préparé peu de temps avant emploi par mélange à volume égal d'oxyde diéthylique (5.3) et d'éther de pétrole (5.4).

5.6 Solution de rouge Congo.

Dissoudre dans l'eau 1 g de rouge Congo et diluer à 100 ml.

NOTE — L'utilisation de cette solution, qui permet de mieux voir l'interface entre le solvant et la couche aqueuse, est facultative (voir 8.5.4) et seulement utile pour les produits donnant une attaque non ou faiblement colorée. D'autres solutions aqueuses de colorants peuvent être utilisées pourvu qu'elles ne modifient pas le résultat de la détermination.

6 Appareillage

AVERTISSEMENT — Pour les déterminations requérant l'utilisation de solvants volatils inflammables, l'appareillage électrique utilisé devra satisfaire, le cas échéant, à la législation en matière de risques liés à l'utilisation de ces solvants.

Matériel courant de laboratoire, et notamment :

6.1 Balance analytique.

6.2 Centrifugeuse, dans laquelle les fioles ou les tubes (6.6) d'extraction peuvent être centrifugés à une fréquence de rotation de 500-600 tr/min, afin d'obtenir une accélération de 80 à 90 g à l'extrémité extérieure des fioles ou des tubes.

NOTE — L'utilisation d'une centrifugeuse est facultative mais recommandée (voir 8.5.7).

6.3 Appareil de distillation ou d'évaporation, permettant de distiller les solvants et l'éthanol des fioles de récupération de la matière grasse, ou de les évaporer des béciers et des capsules (voir 8.5.10 et 8.5.12) à une température n'excédant pas 100 °C.

6.4 Étuve à dessiccation, à chauffage électrique, munie d'ouïes de ventilation complètement ouvertes, réglable à une température de 102 ± 2 °C uniforme en tous points. L'étuve

doit être munie d'un thermomètre approprié; ou **étuve à pression réduite**, réglable à une température de 70 à 75 °C sous une pression inférieure à 66 mbar (50 mm Hg).

6.5 Bain d'eau bouillante ou plaque chauffante (voir 8.5.2).

6.6 Fioles d'extraction de la matière grasse, type Mojonnier, telles que décrites dans l'ISO 3889 (mais voir la note en 8.5.2).

NOTE — On peut également utiliser des **tubes** (ou des **fioles**) d'extraction de la matière grasse munis d'un **siphon** ou d'un **système d'aspiration par le vide**, mais le mode opératoire est alors différent et est décrit dans l'annexe. La longue tubulure à l'intérieur de la fiole peut présenter une extrémité recourbée en crochet, si on le désire.

Les fioles (ou les tubes, voir la note) doivent être munis de bouchons en liège de bonne qualité, ou de bouchons en une autre matière [par exemple, caoutchouc siliconé ou PTFE¹⁾] inaltérables aux réactifs utilisés. Les bouchons en liège doivent être lavés à l'oxyde diéthylique (5.3), maintenus dans l'eau à 60 °C ou plus pendant au moins 15 min et ensuite mis à refroidir dans l'eau de façon à en être imprégnés au moment de l'emploi.

6.7 Support, pour maintenir les fioles (ou les tubes) d'extraction de la matière grasse (voir 6.6).

6.8 Flacon de lavage, pour le mélange de solvants (5.5). Ne pas utiliser de flacon de lavage en plastique.

6.9 Récipients de récupération de la matière grasse, par exemple fioles à ébullition (fioles à fond plat) de capacité 125 à 250 ml, fioles coniques de capacité 250 ml ou capsules métalliques.

Lorsqu'on utilise des capsules métalliques, elles doivent être de préférence en acier inoxydable, à fond plat, avec un bec, et doivent avoir un diamètre de 80 à 100 mm, avec une hauteur d'environ 50 mm.

6.10 Régulateurs d'ébullition, exempts de matière grasse, en porcelaine non poreuse ou en carbure de silicium ou billes de verre (facultatif dans le cas des capsules métalliques).

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

6.12 Pipettes graduées, de 10 ml de capacité.

6.13 Pincettes métalliques, appropriées pour tenir les fioles, béciers ou capsules.

6.14 Appareil de broyage, pour broyer, si nécessaire, l'échantillon pour laboratoire. Cet appareil ne doit ni développer un échauffement excessif, ni provoquer une perte d'humidité. (Ne pas utiliser un mortier.)

1) polytétrafluoroéthylène

6.15 Tamis pour essai, en toile métallique tissée, de 200 mm de diamètre, ouverture nominale de maille 500 μm , avec réservoir, conforme à l'ISO 565.

6.16 Récipient muni d'un couvercle, hermétique à l'air, de capacité telle que l'échantillon pour essai puisse être mélangé en le secouant.

7 Échantillonnage

Voir ISO 707.

Conserver l'échantillon pour laboratoire dans un récipient fermé hermétiquement.

8 Mode opératoire

NOTE — Un autre mode opératoire utilisant des tubes d'extraction de la matière grasse munis de siphon ou d'un système d'aspiration par le vide (voir la note en 6.6) est donné dans l'annexe.

8.1 Préparation de l'échantillon pour essai

8.1.1 Mélanger soigneusement l'échantillon (chapitre 7), si nécessaire après avoir transvasé le tout dans un récipient hermétique à l'air, de capacité appropriée, par rotations et retournements répétés du récipient.

8.1.2 Transvaser 50 g de l'échantillon pour laboratoire à travers le tamis pour essai (6.15). S'il ne passe pas complètement à travers le tamis, utiliser l'appareil de broyage pour permettre cette opération. Transvaser immédiatement tout l'échantillon tamisé dans le récipient (6.16) et mélanger soigneusement dans le récipient fermé.

Pendant cette opération, prendre des précautions pour éviter tout changement de la teneur en eau du produit.

8.1.3 Procéder à la détermination (8.5) aussitôt que possible, dès que l'échantillon pour essai est prêt.

Si une portion de 50 g passe directement, ou presque complètement à travers le tamis, utiliser l'échantillon pour essai (8.1.1) pour la détermination.

8.2 Prise d'essai

Mélanger doucement, l'échantillon pour essai (8.1) par retournements et rotations du récipient. Peser immédiatement, à 1 mg près, directement ou par différence, 2 à 3 g de l'échantillon pour essai, dans une fiole d'extraction de la matière grasse (6.6) ou dans un bécher ou une fiole de 100 ml.

La prise d'essai doit être placée aussi complètement que possible dans le bulbe inférieur (étroit) de la fiole d'extraction.

8.3 Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc simultanément à la détermination, en utilisant le même mode opératoire et les mêmes réactifs, mais en supprimant la prise d'essai comme en 8.5.1 (voir 10.2).

8.4 Préparation du récipient de récupération de la matière grasse

Sécher le récipient (6.9) avec quelques régulateurs d'ébullition (6.10) pendant 1 h dans l'étuve (6.4) (voir note 1).

Laisser refroidir le récipient (à l'abri de la poussière) à la température de la salle des balances (récipients en verre pendant au moins 1 h, capsules métalliques pendant au moins 0,5 h) (voir note 2).

À l'aide des pinces (6.13), placer le récipient sur la balance (pour éviter, en particulier, des variations de température) et peser à 0,1 mg près.

NOTES

1 Les régulateurs d'ébullition sont nécessaires pour permettre une ébullition modérée au cours de l'élimination ultérieure du solvant, spécialement dans le cas des récipients en verre; leur emploi est facultatif dans le cas des capsules métalliques.

2 Le récipient ne doit pas être placé dans un dessiccateur, afin d'éviter un refroidissement insuffisant ou des temps de refroidissement excessifs.

8.5 Détermination

8.5.1 Ajouter 7,5 à 10 ml, de solution d'acide chlorhydrique (5.1), selon la forme de l'appareil d'extraction, de façon à laver la prise d'essai dans le bulbe étroit de la fiole d'extraction ou dans le fond du bécher ou de la fiole, et mélanger.

NOTE — Certains laboratoires préfèrent à la place de l'addition de 7,5 à 8,5 ml de la solution d'acide chlorhydrique, utiliser un acide ayant une densité de 1,15 g/ml.

8.5.2 Chauffer le récipient en le remuant doucement dans un bain d'eau à l'ébullition ou au-dessus d'une flamme ou sur une plaque chauffante, jusqu'à ce que toutes les particules soient entièrement dissoutes.

NOTE — Les fioles type Mojonnier (6.6) munies d'un bulbe inférieur sphérique (formes B et C dans l'ISO 3889) sont particulièrement appropriées pour le chauffage direct à la flamme ou sur une plaque chauffante.

8.5.3 Laisser le récipient debout pendant 20 à 60 min dans le bain d'eau bouillante en secouant de temps en temps pendant les 15 premières minutes, ou le maintenir au-dessus d'une flamme modérée ou sur la plaque chauffante pendant 10 min. Refroidir, par exemple sous l'eau courante.

NOTE — Si, à une étape ultérieure du mode opératoire, des difficultés sont rencontrées à cause de la viscosité de la phase aqueuse, répéter la détermination avec une prise d'essai plus petite et un temps de chauffage ou d'ébullition plus long.

8.5.4 Si la minéralisation a été effectuée dans l'appareil d'extraction, ajouter 10 ml d'éthanol (5.2). Mélanger doucement, mais vigoureusement, le contenu de la fiole en lui imprimant un mouvement de va-et-vient entre les deux bulbes; éviter d'amener le liquide trop près du col de la fiole. On peut ajouter 2 gouttes de la solution de rouge Congo (voir 5.6) si on le désire.

Si la minéralisation a été effectuée dans un récipient autre que la fiole d'extraction, verser le contenu de la fiole dans la fiole d'extraction. Rincer successivement avec 10 ml d'éthanol (5.2), 25 ml d'oxyde diéthylique (5.3) et 25 ml d'éther de pétrole (5.4), en versant à chaque fois le solvant dans la fiole d'extraction. Mélanger après l'addition de l'éthanol comme décrit ci-dessus et secouer la fiole d'extraction après l'addition d'oxyde diéthylique et l'éther de pétrole, comme décrit respectivement en 8.5.5 et 8.5.6.

8.5.5 Ajouter 25 ml d'oxyde diéthylique (5.3), boucher la fiole avec un bouchon en liège (voir 6.6) saturé d'eau, ou un autre dispositif de fermeture imprégné d'eau, et agiter la fiole vigoureusement mais sans excès (de façon à éviter la formation d'émulsions persistantes), pendant 1 min en position horizontale, le bulbe étroit étant en haut, en laissant de temps en temps le liquide du bulbe large passer dans le bulbe étroit. Si nécessaire, refroidir la fiole sous l'eau courante, puis retirer avec précaution le bouchon de liège ou le dispositif de fermeture et le rincer, ainsi que le col de la fiole, avec une petite quantité de mélange de solvants (5.5), en se servant du flacon de lavage (6.8), de façon que les liquides de rinçage coulent dans la fiole ou le récipient préparé pour la récupération de la matière grasse (voir 8.4).

8.5.6 Ajouter 25 ml d'éther de pétrole (5.4), boucher la fiole avec le bouchon en liège humidifié à nouveau, ou le dispositif de fermeture réhumidifié (par trempage dans l'eau), et agiter doucement la fiole pendant 30 s comme décrit en 8.5.5.

8.5.7 Centrifuger la fiole bouchée pendant 1 à 5 min à une fréquence de rotation de 500-600 tr/min (voir 6.2). Si l'on ne dispose pas de centrifugeuse, laisser la fiole bouchée reposer sur le support (6.7) pendant au moins 30 min, jusqu'à ce que la couche surnageante soit claire et nettement séparée de la couche aqueuse. Si nécessaire, refroidir la fiole sous l'eau courante.

8.5.8 Enlever avec précaution le bouchon en liège ou le dispositif de fermeture et le rincer ainsi que l'intérieur du col de la

fiole avec un peu de mélange de solvants, de sorte que les liquides de rinçage coulent dans la fiole ou le récipient de récupération de la matière grasse.

Si l'interface se situe au-dessous du fond du col de la fiole, le faire monter à ce niveau en ajoutant doucement de l'eau par le côté de la fiole (voir figure 1), afin de faciliter la décantation du solvant.

NOTE — Aux figures 1 et 2, l'un des trois types de fioles spécifiées dans l'ISO 3889 a été choisi, mais aucune préférence n'est donnée à ce type (voir cependant la note en 8.5.2).

8.5.9 En tenant la fiole d'extraction par le bulbe étroit, décanter avec soin le plus possible de la couche surnageante dans le récipient préparé, destiné à la récupération de la matière grasse (voir 8.4), contenant quelques régulateurs d'ébullition (6.10) dans le cas des fioles (facultatif avec les capsules métalliques), en évitant de décanter une partie quelconque de la couche aqueuse (voir figure 2).

8.5.10 Rincer l'extérieur du col de la fiole d'extraction avec un peu de mélange de solvants, en recueillant les liquides de rinçage dans le récipient de récupération de la matière grasse et en prenant soin que le mélange de solvants ne soit pas projeté sur l'extérieur de la fiole d'extraction.

Si on le désire, les solvants ou une partie des solvants peuvent être éliminés du récipient par distillation ou évaporation comme décrit en 8.5.12.

8.5.11 Effectuer une seconde extraction en recommençant les opérations décrites de 8.5.5 à 8.5.9 inclus, mais en utilisant seulement 15 ml d'oxyde diéthylique (5.3) et 15 ml d'éther de pétrole (5.4); utiliser l'oxyde diéthylique pour rincer l'intérieur du col de la fiole d'extraction.

Si nécessaire, faire monter l'interface légèrement au-dessus du milieu du col de la fiole (voir figure 1) pour permettre à la décantation finale des solvants d'être aussi complète que possible (voir figure 2).

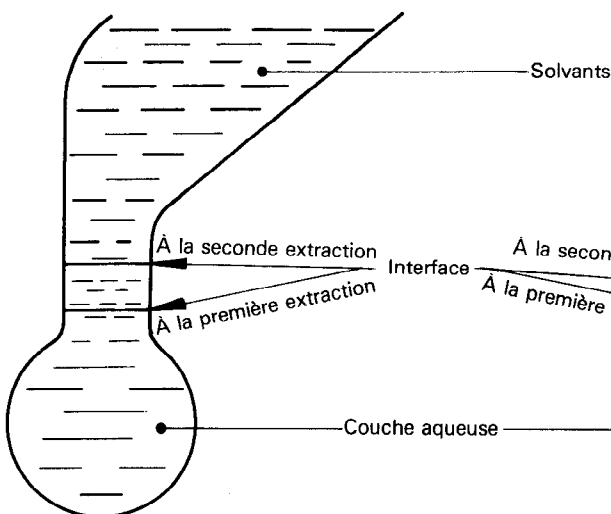


Figure 1 — Avant décantation (8.5.8, 8.5.11)

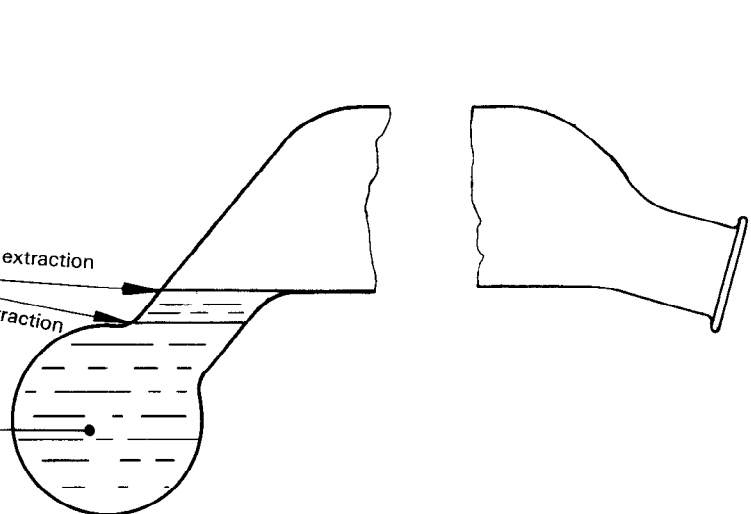


Figure 2 — Après décantation (8.5.9, 8.5.11)

8.5.12 Éliminer les solvants (éthanol compris) aussi complètement que possible de la fiole, par distillation, ou du bécher ou de la capsule, par évaporation (voir 6.3), en rinçant l'intérieur du col de la fiole avec un peu de mélange de solvants (5.5) avant de commencer la distillation.

8.5.13 Chauffer le récipient de récupération de la matière grasse (fiole placée en position inclinée afin de permettre aux vapeurs de solvants de s'échapper) pendant 1 h dans l'étuve à dessiccation (6.4) réglée à 102 ± 2 °C. Retirer le récipient de l'étuve, laisser refroidir (non dans un dessiccateur, mais protégé de la poussière) à la température de la salle des balances (récipient en verre pendant au moins 1 h, capsule métallique pendant au moins 0,5 h) et peser à 0,1 mg près.

Ne pas essuyer le récipient juste avant la pesée. Placer le récipient sur la balance au moyen d'une paire de pinces (pour éviter, en particulier, les variations de température).

8.5.14 Répéter les opérations décrites en 8.5.13 jusqu'à ce que la masse du récipient de récupération de la matière grasse diminue de 0,5 mg ou moins, ou augmente, entre deux pesées successives. Noter la masse minimale comme étant la masse du récipient de récupération de la matière grasse et de la matière extraite.

8.5.15 Ajouter 25 ml d'éther de pétrole au récipient de récupération de la matière grasse de façon à vérifier si oui ou non la matière extraite est entièrement soluble. Chauffer doucement et agiter le solvant par un mouvement rotatoire, jusqu'à ce que toute la matière grasse soit dissoute.

Si la matière extraite est entièrement soluble dans l'éther de pétrole, prendre la masse de la matière grasse comme la différence entre la masse finale du récipient contenant la matière extraite (voir 8.5.14) et sa masse initiale (voir 8.4).

8.5.16 Si la matière extraite n'est pas entièrement soluble dans l'éther de pétrole, ou en cas de doute et toujours à des fins réglementaires ou en cas de litige, extraire complètement la matière grasse du récipient par des lavages répétés avec de l'éther de pétrole chaud.

Laisser déposer les matières insolubles et décanter soigneusement l'éther de pétrole sans enlever les matières insolubles. Répéter cette opération encore trois fois, en utilisant l'éther de pétrole pour rincer l'intérieur du col du récipient.

Enfin, rincer l'extérieur du col du récipient avec un mélange de solvants de sorte que le solvant ne soit pas projeté à l'extérieur du récipient. Chasser les vapeurs d'éther de pétrole en chauffant le récipient dans l'étuve (6.4) réglée à 102 ± 2 °C, pendant 1 h, laisser refroidir et peser comme décrit en 8.5.13 et 8.5.14.

Prendre la masse de la matière grasse comme la différence entre la masse déterminée en 8.5.15 et cette masse finale.

9 Expression des résultats

9.1 Mode de calcul et formule

9.1.1 La teneur en matière grasse, exprimée en pourcentage en masse, est égale à

$$\frac{(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)}{m_0} \times 100$$

où

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai (8.2);

m_1 est la masse, en grammes, du récipient de récupération de la matière grasse et de la matière extraite, déterminée en 8.5.14;

m_2 est la masse, en grammes, du récipient préparé pour la récupération de la matière grasse (voir 8.4) ou, dans le cas des matières non dissoutes, du récipient de récupération de la matière grasse et du résidu insoluble, déterminée en 8.5.16;

m_3 est la masse, en grammes, du récipient de récupération de la matière grasse utilisé pour l'essai à blanc (8.3) et de la matière extraite, déterminée en 8.5.14;

m_4 est la masse, en grammes, du récipient de récupération de la matière grasse (voir 8.4) utilisé pour l'essai à blanc (8.3) ou, dans le cas de la matière non dissoute, du récipient de récupération de la matière grasse et du résidu insoluble, déterminée en 8.5.16.

Rapporter le résultat à 0,01 % (m/m) près.

9.1.2 La teneur en matière grasse de la matière sèche, exprimée en pourcentage en masse, est égale à

$$w_f \times \frac{100}{100 - w_w}$$

où

w_f est la teneur en matière grasse de l'échantillon calculée en 9.1.1;

w_w est la teneur en eau de l'échantillon, déterminée selon l'ISO 5550.

9.2 Fidélité

NOTE — Les valeurs de répétabilité et de reproductibilité sont exprimées au niveau de probabilité de 95 % et ont été obtenues à partir d'essais interlaboratoires selon l'ISO 5725, *Fidélité des méthodes d'essai — Détermination de la répétabilité et de la reproductibilité par essais interlaboratoires*.

9.2.1 Répétabilité

La différence entre deux résultats distincts, obtenus sur un produit identique soumis au même essai par le même analyste, dans un court intervalle de temps, ne doit pas dépasser 0,1 g de matière grasse pour 100 g de produit.

9.2.2 Reproductibilité

La différence entre deux résultats distincts et indépendants, obtenus par deux analystes travaillant dans des laboratoires différents sur un produit identique soumis au même essai, ne doit pas dépasser 0,2 g de matière grasse pour 100 g de produit.

10 Notes sur le mode opératoire

10.1 Essai à blanc pour contrôler les réactifs

Dans cet essai à blanc, un récipient de contrôle de la masse doit être utilisé de façon que les changements des conditions atmosphériques de la salle des balances ou que les effets de la température du récipient de récupération de la matière grasse ne révèlent pas faussement la présence ou l'absence de matières non volatiles dans l'extrait des réactifs. Ce récipient doit être utilisé comme un contrepoids dans le cas d'une balance à plateaux. Par ailleurs, les écarts de la masse apparente ($m_3 - m_4$ dans la formule en 9.1) du récipient de contrôle doivent être retenus lors du contrôle de la masse du récipient de récupération de la matière grasse utilisé pour l'essai à blanc. Par suite, le changement dans la masse apparente du récipient de récupération de la matière grasse, corrigé du changement apparent de masse du récipient de contrôle, ne devra pas être supérieur à 0,5 mg.

Il peut arriver que les réactifs contiennent des matières volatiles, qui sont fortement retenues dans la matière grasse. S'il y a des indications de la présence de telles substances, effectuer des essais à blanc sur tous les réactifs et pour chaque solvant, en utilisant pour chacun un récipient de récupération de la matière grasse, avec environ 1 g de matière grasse du beurre anhydre. Si nécessaire, distiller à nouveau les solvants en présence d'environ 1 g de matière grasse du beurre anhydre pour 100 ml de solvant. Les solvants ainsi traités ne doivent être conservés que pendant de courtes périodes après distillation.

10.2 Essai à blanc effectué en même temps que la détermination

La valeur obtenue dans l'essai à blanc, effectué parallèlement à la détermination, permet de corriger la masse apparente des substances extraites de la prise d'essai ($m_1 - m_2$) par rapport à la présence de matières non volatiles venant des réactifs et également des changements de conditions atmosphériques de la salle des balances et des différences de températures de la fiole lors des deux pesées (8.5.14 et 8.4 ou 8.5.16).

Dans les conditions favorables (valeur faible dans l'essai à blanc sur les réactifs, température stable de la salle des balances, temps de refroidissement suffisant pour le récipient de matière grasse), la valeur sera généralement inférieure à 0,5 mg et pourra alors ne pas être prise en compte dans le calcul, dans le cas de déterminations de routine. On rencontre assez souvent des valeurs (positive et négative) légèrement supérieures, jusqu'à 2,5 mg. Après correction de ces valeurs, les résultats seront toujours précis. Quand les corrections d'une valeur supérieure à 2,5 mg sont appliquées, il devra en être fait mention dans le procès-verbal d'essai (chapitre 11).

Si la valeur obtenue dans l'essai à blanc dépasse réellement 0,5 mg, les réactifs devront être contrôlés si ceci n'a pas été fait

récemment. Les réactifs impurs ou ayant des traces devront être remplacés ou purifiés (voir les paragraphes d'introduction au chapitre 5 ainsi que 10.1).

10.3 Contrôle pour vérifier la présence de peroxydes dans l'oxyde diéthylique

Pour vérifier la présence de peroxydes, ajouter 1 ml d'une solution d'iodure de potassium à 100 g/l récemment préparée, à 10 ml d'oxyde diéthylique, dans une petite éprouvette munie d'un bouchon en verre, et préalablement rincée avec un peu d'oxyde diéthylique. Agiter et laisser reposer pendant 1 min. Il ne doit pas être constaté de coloration jaune dans l'une ou l'autre des deux couches.

D'autres méthodes peuvent être utilisées pour contrôler la présence de peroxydes.

Pour être sûr que l'oxyde diéthylique (sans antioxygène) est exempt de peroxydes, et en reste exempt, traiter l'oxyde diéthylique comme ci-dessous au moins trois jours avant son utilisation.

Couper du zinc en feuille, en bandes pouvant atteindre au moins le milieu du récipient contenant l'oxyde diéthylique, en utilisant environ 80 cm² de feuille de zinc par litre d'oxyde diéthylique.

Avant utilisation, immerger totalement les bandes pendant 1 min dans une solution contenant 10 g de sulfate de cuivre (II) pentahydraté ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) et 2 ml d'acide sulfurique concentré (98 % (m/m)) par litre. Laver doucement et avec soin les bandes à l'eau, introduire les bandes humides traitées au cuivre dans le récipient contenant l'oxyde diéthylique et laisser les bandes dans le récipient.

D'autres méthodes peuvent être utilisées pourvu qu'elles ne modifient pas le résultat de la détermination.

10.4 Oxyde diéthylique contenant des antioxygènes

L'oxyde diéthylique contenant environ 1 mg d'antioxygènes par kilogramme est disponible dans certains pays, en particulier pour des déterminations de matière grasse. Cette teneur n'exclut pas son emploi direct pour des déterminations de référence.

Dans d'autres pays, l'oxyde diéthylique pourra avoir des teneurs plus élevées en antioxygènes, par exemple, jusqu'à 7 mg par kilogramme. Dans ce cas, il ne sera utilisé que pour des déterminations de routine, avec un essai à blanc obligatoire effectué simultanément avec les déterminations, afin de corriger les erreurs systématiques dues aux résidus d'antioxygènes. S'il est employé à titre de référence, il devra toujours être distillé avant emploi.

10.5 Éthanol

L'éthanol dénaturé autrement que par le méthanol peut être utilisé pourvu que cela n'affecte pas les résultats de la détermination.

11 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. La valeur de l'essai à blanc ($m_3 - m_4$, voir 9.1.1) doit être rapportée, si elle dépasse 2,5 mg.

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 5543:1986](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/46a601be-d684-4f53-84c0-e194950cbeb6/iso-5543-1986)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/46a601be-d684-4f53-84c0-e194950cbeb6/iso-5543-1986>