
Norme internationale



7208

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

Lait écrémé, sérum et babeurre — Détermination de la teneur en matière grasse — Méthode gravimétrique (Méthode de référence)

Skimmed milk, whey and buttermilk — Determination of fat content — Gravimetric method (Reference method)

Première édition — 1984-11-15

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 7208:1984](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/066be7a9-cafb-45bb-99ea-93855eea12ca/iso-7208-1984)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/066be7a9-cafb-45bb-99ea-93855eea12ca/iso-7208-1984>

CDU 637.147 : 637.247 : 543.85

Réf. n° : ISO 7208-1984 (F)

Descripteurs : produit agricole, produit laitier, lait écrémé, sérum, petit-lait, babeurre, analyse chimique, dosage, corps gras, méthode gravimétrique.

Prix basé sur 7 pages

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 7208 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits agricoles alimentaires*.

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, USA). Le texte, approuvé par les organisations submentionnées, sera également publié par la FAO/OMS (Code des principes concernant le lait et les produits laitiers et les normes connexes), par la FIL et par l'AOAC (Official Methods of Analysis).

Lait écrémé, sérum et babeurre — Détermination de la teneur en matière grasse — Méthode gravimétrique (Méthode de référence)

0 Introduction

La première édition de l'ISO 7208 a été préparée en vue de réviser et/ou d'harmoniser les méthodes déjà existantes ou nouvelles pour la détermination de la teneur en matière grasse du lait et d'un certain nombre de produits laitiers qui peuvent être examinés selon la méthode Röse-Gottlieb.

Les besoins spécifiques indiqués au chapitre 1 requièrent une méthode gravimétrique particulièrement précise. Une meilleure fidélité (reproductibilité), en comparaison des autres modes opératoires Röse-Gottlieb, est principalement obtenue en présentant une extraction des deux prises d'essai et en réunissant les extraits dans un récipient de récupération de la matière grasse. De cette manière les erreurs de pesées et les erreurs dues aux différences de températures entre la fiole et la salle des balances sont réduites.

De plus, on obtient une meilleure fidélité en utilisant avec précaution les solvants redistillés, en refroidissant et en manipulant méticuleusement le récipient de récupération de la matière grasse.

La méthode inclut aussi les modifications faites, ou à faire, dans les versions révisées des méthodes Röse-Gottlieb existantes pour d'autres produits de façon à améliorer leur fidélité.

Une explication plus complète de ces modifications apportées à la méthode de base Röse-Gottlieb est donnée dans l'introduction de l'ISO 1211 (voir la note au chapitre 1).

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode gravimétrique particulièrement précise pour la détermination de la teneur en matière grasse dans le lait liquide écrémé, le sérum et le babeurre, spécialement dans le but de connaître l'efficacité de l'opération d'écémage.

La méthode est également applicable comme méthode de référence à l'établissement des tables de correction pour les techniques utilisant les butyromètres à lait écrémé.

NOTE — Lorsque cette précision n'est pas exigée, les produits peuvent être examinés selon la méthode spécifiée dans l'ISO 1211, *Lait — Détermination de la teneur en matière grasse — Méthode gravimétrique (Méthode de référence)*.

2 Références

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

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

3 Définition

teneur en matière grasse du lait écrémé, sérum et babeurre : Toutes les substances déterminées par la méthode spécifiée dans la présente Norme internationale.

Elle est exprimée en pourcentage en masse.

4 Principe

Extraction d'une solution ammoniac-éthanolique de deux prises d'essai au moyen d'oxyde diéthylique et d'éther de pétrole, association des deux extraits, 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 Röse-Gottlieb.)

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

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 Hydroxyde d'ammonium, solution à environ 25 % (m/m) de NH_3 , $\rho_{20} \approx 910 \text{ g/l}$.

NOTE — Si l'on ne dispose pas d'une solution d'hydroxyde d'ammonium à cette concentration, une solution plus concentrée, de concentration connue, peut être utilisée (voir 8.5.2).

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

(Voir 10.4.)

5.3 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 8.5.3). D'autres solutions aqueuses de colorants peuvent être utilisées pourvu qu'elles ne modifient pas le résultat de la détermination.

5.4 Oxyde diéthylique, récemment distillé, exempt de peroxydes (voir 10.3) et d'antioxydants.

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

5.6 Mélange de solvants, préparé peu de temps avant emploi par mélange de volumes égaux d'oxyde diéthylique (5.4) et d'éther de pétrole (5.5).

6 Appareillage

AVERTISSEMENT — Étant donné que la détermination comprend l'utilisation de solvants volatils inflammables, l'appareillage électrique utilisé doit faire l'objet de spécifications en vue d'être conforme à la législation concernant les dangers d'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 soumis à une rotation avec fréquence de 500 à 600 min^{-1} , afin de produire un champ de gravitation de 80g à 90g à l'extrémité extérieure des fioles ou des tubes.

NOTE — L'utilisation d'une centrifugeuse est facultative mais recommandée (voir 8.5.6).

6.3 Appareil de distillation ou d'évaporation, permettant de distiller les solvants et l'éthanol des fioles, ou de les évaporer des béciers et des capsules (voir 8.5.10 et 8.5.13) 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 $102 \pm 2 \text{ °C}$ dans l'espace utilisé. L'étuve doit être munie d'un thermomètre approprié.

6.5 Bain d'eau, réglable à une température de 35 à 40 °C.

6.6 Fioles d'extraction de la matière grasse, type Mojonnier, telles que spécifiées dans l'ISO 3889.

NOTE — On peut également utiliser des tubes d'extraction de la matière grasse munis de siphon ou de dispositif de lavage, mais le mode opératoire est alors différent et est décrit en annexe.

Les fioles (ou les tubes, voir la note) doivent être munis de bouchons en liège de bonne qualité, ou d'une autre matière (par exemple, caoutchouc siliconé) inaltérable aux réactifs utilisés. Les bouchons en liège doivent être lavés à l'oxyde diéthylique (5.4), maintenus dans l'eau à 60 °C ou plus durant 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, approprié à l'utilisation avec le mélange de solvants (5.6). Ne pas utiliser de flacon de lavage en plastique.

6.9 Récipients pour la 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 Régularisateurs d'ébullition, exempts de matière grasse, en porcelaine non poreuse ou en carbure de silicium (facultatif dans le cas des capsules métalliques).

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

6.12 Pipettes graduées, de 10 ml de capacité.

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

7 Échantillonnage

Voir ISO 707.

Tous les échantillons pour laboratoire doivent être conservés à une température de 3 à 6 °C à partir du moment de l'échantillonnage jusqu'au début du mode opératoire.

8 Mode opératoire

NOTES

1 Dans la détermination, deux prises d'essai (8.2) sont traitées dans deux fioles d'extraction de la matière grasse, type Mojonnier (6.6). Verser les extraits des deux fioles dans une fiole d'ébullition préparée (8.4).

2 Un autre mode opératoire utilisant des tubes munis de siphon ou de fiole de lavage (voir la note en 6.6) est donné dans l'annexe.

8.1 Préparation de l'échantillon pour essai

Amener la température de l'échantillon pour laboratoire (chapitre 7) à 35 à 40 °C, en utilisant le bain d'eau (6.5), si

nécessaire. Bien mélanger l'échantillon, mais doucement, au moyen de retournements répétés du récipient, sans causer de mousse ou de barattage, et refroidir rapidement à environ 20 °C.

NOTE — Il ne faut pas s'attendre à avoir une valeur correcte de la teneur en matière grasse si pendant, ou après, la préparation de l'échantillon pour essai, des particules blanches sont visibles sur les parois du récipient de l'échantillon ou des gouttelettes de matière grasse à la surface de l'échantillon.

8.2 Prise d'essai

Mélanger l'échantillon pour essai (8.1) en retournant doucement le récipient trois ou quatre fois et peser immédiatement à 1 mg près, 10 à 11 g de l'échantillon pour essai, directement ou par différence, dans chacune des deux fioles d'extraction (6.6).

Les prises d'essai doivent être placées aussi complètement que possible dans le bulbe inférieur (étroit) des fioles d'extraction.

8.3 Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc simultanément avec la détermination, en utilisant le même mode opératoire et les mêmes réactifs, mais en remplaçant chacune des deux prises d'essai par 10 ml d'eau (voir 10.2).

8.4 Préparation du récipient pour la récupération de la matière grasse

Sécher un récipient (6.9) avec quelques régularisateurs d'ébullition (6.10) à l'étuve (6.4) pendant 1 h. (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 1,5 h, capsules métalliques pendant au moins 1 h). (Voir note 2.)

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

NOTES

1 Les régularisateurs d'ébullition sont nécessaires pour permettre une ébullition modérée au cours de l'élimination ultérieure du solvant, notamment dans le cas de récipients en verre; leur utilisation est facultative dans le cas de capsules métalliques.

2 Le récipient ne doit pas être placé dans un dessiccateur, pour éviter un refroidissement insuffisant ou des périodes de refroidissement exagérément prolongées.

8.5 Détermination

8.5.1 Effectuer les opérations décrites de 8.5.2 à 8.5.13 sur les deux prises d'essai prétraitées (8.2).

8.5.2 Ajouter 2 ml de solution d'hydroxyde d'ammonium (5.1) ou un volume équivalent d'une solution plus concentrée (voir la note en 5.1) et mélanger vigoureusement avec les prises d'essai dans les bulbes étroits des fioles. Après addition de l'hydroxyde d'ammonium, effectuer la détermination sans attendre.

8.5.3 Ajouter 10 ml d'éthanol (5.2) et mélanger doucement et soigneusement en laissant les contenus des fioles aller et venir entre les deux bulbes; éviter d'amener le liquide trop près du col des fioles. Ajouter, si on le désire, 2 gouttes de solution de rouge-congo (5.3).

8.5.4 Ajouter 25 ml d'oxyde diéthylique (5.4), boucher les fioles avec des bouchons en liège (voir 6.6) saturés d'eau, ou avec des bouchons d'une autre matière (voir 6.6) mouillés avec de l'eau, et agiter les fioles 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 les fioles à l'eau courante, puis retirer avec précaution les bouchons en liège ou les dispositifs de fermeture et les rincer ainsi que les cols des fioles avec une petite quantité de mélange de solvants (5.6), en se servant d'un flacon de lavage (6.8), de façon que les liquides de rinçage coulent dans les fioles.

8.5.5 Ajouter 25 ml d'éther de pétrole (5.5), boucher les fioles avec les bouchons en liège réhumidifiés ou les autres bouchons réhumidifiés (en les trempant dans l'eau), et agiter doucement les fioles pendant 30 s comme décrit en 8.5.4.

8.5.6 Centrifuger les fioles bouchées pendant 3 à 5 min à une fréquence de rotation de 500 à 600 min⁻¹. Si l'on ne dispose pas de centrifugeuse, laisser les fioles bouchées reposer sur le support (6.7) pendant au moins 1 h, jusqu'à ce que les couches surnageantes soient claires et nettement séparées des couches aqueuses. Si nécessaire, refroidir les fioles à l'eau courante.

8.5.7 Enlever avec précaution les bouchons en liège ou les dispositifs de fermeture et les rincer ainsi que l'intérieur des cols des fioles avec un peu de mélange de solvants, de façon que les liquides de rinçage coulent dans les fioles.

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 — Dans les figures 1 et 2, il a été choisi l'un de ces trois types de flacons, comme spécifié dans l'ISO 3889, mais aucune préférence n'est donnée à ce type.

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

8.5.9 Rincer l'extérieur du col de chaque 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 des fioles d'extraction.

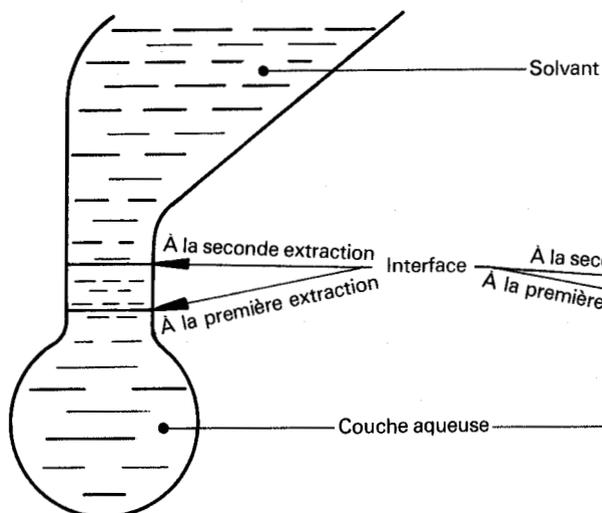


Figure 1 — Avant décantation
(8.5.7, 8.5.12)

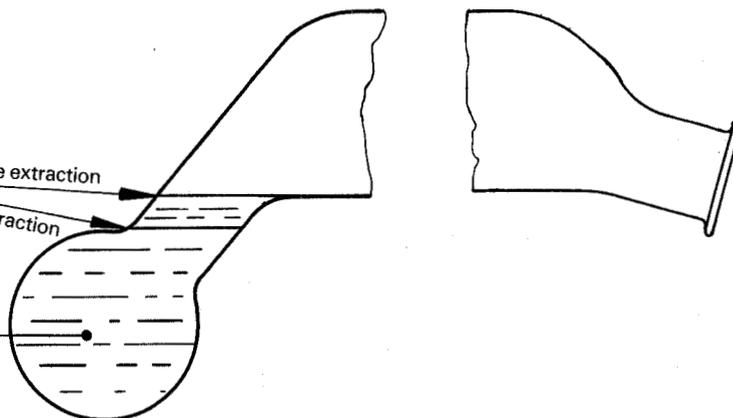


Figure 2 — Après décantation
(8.5.8, 8.5.12)

8.5.10 Rincer l'intérieur du col de la fiole d'ébullition avec un mélange de solvants et distiller (voir 6.3) le plus possible les solvants avec soin, ou évaporer soigneusement à partir du bécber ou de la capsule.

8.5.11 Ajouter 5 ml d'éthanol (5.2) aux contenus des fioles d'extraction en se servant de l'éthanol pour rincer l'intérieur du col de chaque fiole et mélanger comme décrit en 8.5.3.

8.5.12 Effectuer une seconde extraction en recommençant les opérations décrites de 8.5.4 à 8.5.8 inclus, mais en utilisant seulement 15 ml d'oxyde diéthylique (5.4) et 15 ml d'éther de pétrole (5.5); utiliser l'oxyde diéthylique pour rincer l'intérieur du col de chaque fiole d'extraction.

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

8.5.13 Répéter les opérations décrites de 8.5.8 à 8.5.10. Éliminer les solvants (éthanol compris) aussi complètement que possible par distillation ou évaporation.

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

8.5.15 Répéter les opérations décrites en 8.5.14, jusqu'à que la masse du récipient d'extraction 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 d'extraction de la matière grasse et de la matière extraite.

8.5.16 Ajouter 25 ml d'éther de pétrole au récipient d'extraction 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 en solution.

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 8.5.15) et sa masse initiale (voir 8.4).

8.5.17 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, durant 1 h, laisser refroidir et peser comme décrit en 8.5.14 et 8.5.15.

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

NOTE — Quand on utilise la méthode pour contrôler l'efficacité de l'opération d'écémage, et que l'on s'aperçoit que la matière extraite n'est pas entièrement soluble dans l'éther de pétrole, la détermination doit être répétée plus soigneusement, étant donné que la précision de la détermination de la teneur en matière grasse du lait écrémé ayant une très basse teneur en matière grasse sera influencée défavorablement par la manipulation supplémentaire des fioles d'ébullition.

9 Expression des résultats

9.1 Mode de calcul et formule

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, des deux prises d'essais (8.2);

m_1 est la masse, en grammes, du récipient pour la récupération de la matière grasse et de la matière extraite, déterminée en 8.5.15;

m_2 est la masse, en grammes, du récipient pour la récupération de la matière grasse préparé (voir 8.4) ou, dans le cas des matières non dissoutes, du récipient pour la récupération de la matière grasse et du résidu insoluble, déterminée en 8.5.17;

m_3 est la masse, en grammes, du récipient pour la récupération de la matière grasse utilisé pour l'essai à blanc (8.3) et de la matière extraite, déterminée en 8.5.15;

m_4 est la masse, en grammes, du récipient pour la 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 pour la récupération de la matière grasse et du résidu insoluble, déterminée en 8.5.17.

Rapporter le résultat à 0,001 % (m/m) près.

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 soumis au même essai, réalisé par le même analyste, dans un court intervalle de temps, ne doit pas dépasser 0,005 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 0,015 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 des 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 de masse apparente du récipient de récupération de la matière grasse, corrigé du changement apparent de masse du récipient de contrôle, ne doit 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 pour 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. Utiliser les solvants juste après redistillation.

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 entre la fiole de récupération de la matière grasse et la salle des balances, lors des deux pesées (8.5.15 et 8.4 ou 8.5.17).

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 détermination 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 la note au chapitre 5 et en 10.1).

10.3 Contrôle pour vérifier la présence des peroxydes

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 est exempt de peroxydes, et en reste exempt, traiter l'oxyde diéthylique comme ci-dessous au moins 3 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 (CuSO₄·5H₂O) 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 Éthanol

L'éthanol dénaturé autrement 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) 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 7208:1984

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/066be7a9-eafb-45bb-99ea-93855eea12ca/iso-7208-1984>

Annexe

Autre mode opératoire utilisant les tubes d'extraction de la matière grasse munis d'un siphon ou d'un dispositif de lavage (voir figure 3, à titre d'exemple)

A.0 Introduction

Si l'on emploie des tubes d'extraction de la matière grasse munis de siphon ou d'un dispositif de lavage, utiliser le mode opératoire spécifié dans la présente annexe.

A.1 Mode opératoire

A.1.1 Préparation de l'échantillon pour essai

Voir 8.1.

A.1.2 Prises d'essai

Procéder comme spécifié en 8.2 mais en utilisant les tubes d'extraction de la matière grasse (voir 6.6).

Les prises d'essai doivent être transférées aussi complètement que possible au fond du tube d'extraction.

A.1.3 Essai à blanc

Voir 8.3 et 10.2.

A.1.4 Préparation du récipient pour la récupération de la matière grasse

Voir 8.4.

A.1.5 Détermination

A.1.5.1 Effectuer les opérations décrites de A.1.5.2 à A.1.5.13 avec les deux prises d'essai prétraitées (8.2).

A.1.5.2 Ajouter 2 ml de solution d'hydroxyde d'ammonium (5.1), ou un volume équivalent d'une solution d'hydroxyde d'ammonium plus concentrée (voir note de 5.1), et mélanger parfaitement avec les prises d'essai au fond des tubes. Après addition d'hydroxyde d'ammonium, effectuer la détermination sans attendre.

A.1.5.3 Ajouter 10 ml d'éthanol (5.2) et mélanger doucement mais parfaitement au fond des tubes. Ajouter, si on le désire, 2 gouttes de solution rouge-congo (5.3).

A.1.5.4 Ajouter 25 ml d'oxyde diéthylique (5.4), fermer les tubes avec les bouchons en liège (voir 6.6) saturés d'eau ou les bouchons d'une autre matière mouillés avec de l'eau et agiter vigoureusement les tubes, mais pas trop fort (afin d'éviter la formation d'émulsions persistantes) par des retournements

répétés pendant 1 min. Si nécessaire, refroidir les tubes sous l'eau courante, retirer avec précaution les bouchons en liège ou les dispositifs de fermeture et les rincer ainsi que les cols des tubes avec une petite quantité de mélange de solvants (5.6) en utilisant la fiole de lavage (6.8), de façon que les liquides de rinçage coulent dans les tubes.

A.1.5.5 Ajouter 25 ml d'éther de pétrole (5.5), fermer les tubes avec les bouchons en liège réhumidifiés ou les autres bouchons réhumidifiés (en les trempant dans l'eau), et agiter les tubes pendant 30 s, pas trop fort, comme décrit en A.1.5.4.

A.1.5.6 Centrifuger les tubes fermés pendant 1 à 5 min à une fréquence de rotation de 500 à 600 min⁻¹. Si l'on ne dispose pas de centrifugeuse, laisser les tubes bouchés reposer sur le support (6.7) pendant au moins 30 min, jusqu'à ce que les couches surnageantes soient claires et nettement séparées des couches aqueuses. Si nécessaire, refroidir les tubes à l'eau courante.

A.1.5.7 Retirer avec précaution les bouchons en liège ou les autres bouchons, et les rincer ainsi que les cols des tubes avec une petite quantité de mélange de solvants de façon que les liquides de rinçage coulent dans les tubes.

A.1.5.8 Introduire un siphon ou une fiole de lavage dans chaque tube et enfoncer la longue tubulure à l'intérieur jusqu'à ce que l'orifice soit à environ 4 mm au-dessus de l'interface des couches. La tubulure intérieure doit être parallèle à l'axe central du tube d'extraction.

Transvaser avec précaution la couche surnageante des deux tubes dans le récipient pour la récupération de la matière grasse (voir 8.4) contenant quelques régularisateurs 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. Rincer l'orifice des ajustages avec une petite quantité de mélange de solvants, en recueillant les liquides de rinçage dans le récipient pour la récupération de la matière grasse.

A.1.5.9 Desserrer les dispositifs des cols des tubes, les soulever légèrement et rincer la partie inférieure de la longue tubulure intérieure avec un peu de mélange de solvants. Abaisser et réintroduire les dispositifs et transvaser les liquides de rinçage dans le récipient pour la récupération de la matière grasse.

Rincer l'orifice externe des dispositifs avec un peu de mélange de solvants, et recueillir les liquides de rinçage dans le récipient. Distiller et évaporer les solvants (voir 8.5.10).

A.1.5.10 Desserrer de nouveau les dispositifs des cols, les soulever doucement et ajouter 5 ml d'éthanol dans les tubes, en utilisant l'éthanol pour rincer toute la longue tubulure interne; mélanger comme décrit en A.1.5.3.