

---

# Norme internationale



# 7328

---

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

---

## Glaces de consommation et préparations pour glaces à base de lait — Détermination de la teneur en matière grasse — Méthode gravimétrique Röse-Gottlieb (Méthode de référence)

*Milk-based edible ices and ice-mixes — Determination of fat content — Röse-Gottlieb gravimetric method (Reference method)*

Première édition — 1984-11-15

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
(standards.iteh.ai)  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c4302df1-a88d-47eb-8788-4280155e5486/iso-7328-1984>

---

CDU 663.67 : 543.85

Réf. n° : ISO 7328-1984 (F)

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

Prix basé sur 8 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 7328 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits agricoles alimentaires*.

ISO 7328:1984

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).

# Glaces de consommation et préparations pour glaces à base de lait — Détermination de la teneur en matière grasse — Méthode gravimétrique Röse-Gottlieb (Méthode de référence)

## 0 Introduction

La première édition de l'ISO 7328 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.

La méthode est basée sur la méthode Röse-Gottlieb révisée pour le lait, spécifiée dans l'ISO 1211, cette révision comprenant un certain nombre de modifications pour améliorer la fidélité de la méthode.

Une explication plus complète de ces modifications à la méthode de base Röse-Gottlieb est donnée dans l'introduction de l'ISO 1211, *Lait — Détermination de la teneur en matière grasse — Méthode gravimétrique (Méthode de référence)*.

## 1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie la méthode de référence pour la détermination de la teneur en matière grasse dans la plupart des glaces de consommation, préparations pour glaces et préparations pour glaces concentrées et en poudre, à base de lait.

NOTE — Dans certaines glaces de consommation et préparations pour glaces à base de lait, le taux d'agents émulsifiants, stabilisants, épaississants ou de jaune d'œuf ou de fruit, ou des combinaisons de ces constituants, rend la méthode Röse-Gottlieb inutilisable. Pour de tels produits, on doit avoir recours à une méthode utilisant le principe de Weibull-Berntrop. Une méthode appropriée fera l'objet d'une future Norme internationale.

## 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 dans les glaces de consommation et préparations pour glaces à base de lait** : 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 d'une prise d'essai 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 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  $\text{NH}_3$ ,  $\rho_{20} \approx 910$  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 10.5.)

### 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**, exempt de peroxydes (voir 10.3) et ne contenant pas, ou contenant pas plus de 2 mg/kg d'antioxydants, et conforme aux spécifications de l'essai à blanc (voir chapitre 5, ainsi que 10.1 et 10.4).

**5.5 Éther de pétrole**, 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<sup>-1</sup>, afin de produire un champ de gravitation de 80 g 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, ou de les évaporer des béchers et des capsules (voir 8.5.14) 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 dans l'espace utilisé. L'étuve doit être munie d'un thermomètre approprié.

**6.5 Bain d'eau**, réglable à une température de 65 ± 2 °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 dans l'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 silicone) 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 (facultatifs 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 Pincés métalliques**, appropriées pour tenir les fioles, béchers ou capsules.

**6.14 Pipette**, à large extrémité, délivrant une prise d'essai liquide.

NOTE — L'utilisation de cette pipette est facultative (voir 8.2).

**6.15 Appareil pour la préparation de l'échantillon pour essai**, par exemple, mélangeur à vitesse élevée, muni d'un bol de 1 litre avec son couvercle.

## 7 Échantillonnage

Voir ISO 707.

Tous les échantillons pour laboratoire, sauf les préparations en poudre pour glaces, doivent être conservés à une température n'excédant pas -18 °C à partir du moment de l'échantillonnage jusqu'au début du mode opératoire.

## 8 Mode opératoire

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

## 8.1 Préparation de l'échantillon pour essai

### 8.1.1 Glaces de consommation, préparations pour glaces et préparations pour glaces concentrées

Après avoir enlevé la couche qui n'est pas de la glace, couper l'échantillon pour laboratoire (chapitre 7) en morceaux. Lorsqu'on doit procéder à des essais sur des produits multicouches, dans lesquels les couches peuvent avoir des teneurs en matière grasse différentes, séparer, si possible, les couches, alors que le produit est encore gelé. Préparer les échantillons pour essai individuellement à partir de chaque couche, pour séparer les analyses, de la façon suivante.

Sélectionner plusieurs morceaux au hasard, afin d'obtenir une masse totale d'environ 100 g (si possible), placer dans un bol mélangeur, couvrir le bol avec un couvercle et laisser les morceaux se ramollir à la température du laboratoire. Mélanger intimement les produits, pendant 2 min, ainsi que les produits contenant des matières particulières (par exemple noisettes, morceaux confits durs) pas plus de 7 min, pour obtenir un mélange homogène.

Ne pas laisser la température dépasser 12 °C pendant les étapes de ramollissement et de mélange.

Si la séparation de la matière grasse provoque un «barattage», laisser de côté le mélange, et répéter l'opération précédente en utilisant un temps de mélange plus court. Transvaser immédiatement l'échantillon mélangé dans un récipient approprié hermétique à l'air et effectuer la détermination en moins de 1 h.

### 8.1.2 Préparations pour glaces en poudre

Mélanger soigneusement par rotations et retournements du récipient. Transvaser si nécessaire l'échantillon pour laboratoire dans un récipient approprié, hermétique à l'air, de capacité adéquate pour permettre le mélange. Si le produit contient toujours des grumeaux ou des morceaux, homogénéiser avec un mélangeur approprié (6.15).

## 8.2 Prise d'essai

Mélanger l'échantillon pour essai (8.1) doucement en secouant le récipient par des retournements rotatifs et peser immédiatement dans une fiole d'extraction de la matière grasse (6.6) directement ou par différence, à 1 mg près, une des prises d'essai suivantes :

- |   |              |
|---|--------------|
| a) glaces de consommation et préparations pour glaces : | 4 à 5 g;     |
| b) préparations pour glaces concentrées :               | 2,0 à 2,5 g; |
| c) préparations pour glaces en poudre :                 | 0,9 à 1,1 g. |

La prise d'essai doit être placée aussi complètement que possible dans le bulbe inférieur (étroit) de la fiole d'extraction; une pipette appropriée (6.14) peut être utilisée.

## 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 la prise 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 h, capsules métalliques pendant au moins 0,5 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** Ajouter 6 ml, 8 ml ou 10 ml d'eau, à  $65 \pm 2$  °C, selon les besoins (voir 8.2) pour obtenir un volume total de 10 à 11 ml, de façon à laver la prise d'essai dans le bulbe étroit de la fiole, et mélanger vigoureusement dans le bulbe étroit.

**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 la prise d'essai diluée dans le bulbe étroit de la fiole. Après addition de l'hydroxyde d'ammonium, effectuer la détermination sans attendre.

**8.5.3** Chauffer la fiole dans le bain d'eau (6.5), à  $65 \pm 2$  °C, durant 15 à 20 min en secouant de temps en temps, puis refroidir à la température du laboratoire.

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

**8.5.5** Ajouter 25 ml d'oxyde diéthylique (5.4), boucher la fiole avec un bouchon en liège (voir 6.6) saturé d'eau, ou avec un bouchon d'une autre matière (voir 6.6) mouillé 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 à 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 (5.6), en se servant d'un flacon de lavage (6.8), de façon que les liquides de rinçage coulent dans la fiole.

**8.5.6** Ajouter 25 ml d'éther de pétrole (5.5), boucher la fiole avec le bouchon en liège réhumidifié ou l'autre bouchon réhumidifié (en le trempant 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 à 600 min<sup>-1</sup>. 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 à 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 façon que les liquides de rinçage coulent dans la fiole.

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 (voir figure 2).

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.

**8.5.9** 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 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 (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 8.5.14.

**8.5.11** Ajouter 5 ml d'éthanol (5.2) aux contenus de la fiole d'extraction en se servant de l'éthanol pour rincer l'intérieur du col de la fiole et mélanger comme décrit en 8.5.4.

**8.5.12** 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 (5.4) et 15 ml d'éther de pétrole (5.5); utiliser l'oxyde diéthylique pour rincer l'intérieur du col de la fiole d'extraction.

Si nécessaire, faire monter l'interface au 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).

**8.5.13** Effectuer une troisième extraction, sans addition d'éthanol, en répétant de nouveau les opérations décrites de 8.5.5 à 8.5.9 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 la fiole d'extraction. Si nécessaire, faire monter l'interface au milieu du col de la fiole d'extraction (voir figure 1) pour permettre à la décantation finale des solvants d'être aussi complète que possible (voir figure 2).

NOTE — La troisième extraction n'est pas à effectuer pour des produits écrémés ou les produits reconstitués ayant une teneur en matière grasse inférieure à 0,5 % (m/m).

**8.5.14** Enlever 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 (5.6) avant de commencer la distillation.

**8.5.15** Chauffer le récipient pour la 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 pour

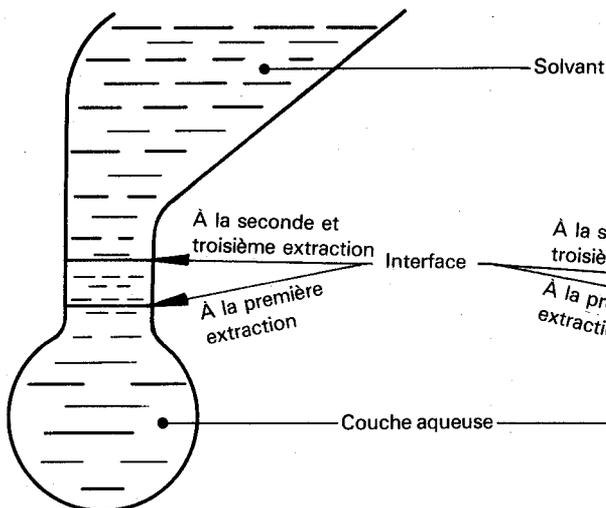


Figure 1 — Avant décantation  
(8.5.8, 8.5.12, 8.5.13)

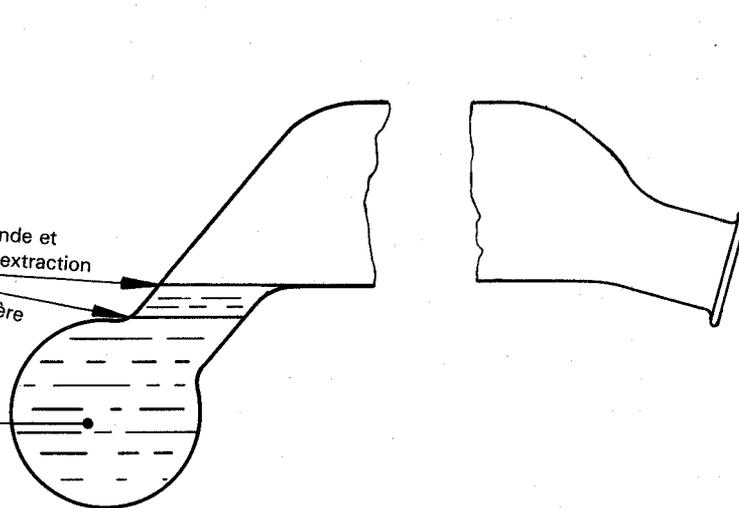


Figure 2 — Après décantation  
(8.5.9, 8.5.12, 8.5.13)

la 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 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).

**8.5.16** Répéter les opérations décrites en 8.5.15, jusqu'à ce 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.

**8.5.17** 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 8.5.16) et sa masse initiale (voir 8.4).

**8.5.18** 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  $102 \pm 2$  °C, pendant 1 h, laisser refroidir et peser comme décrit en 8.5.15 et 8.5.16.

Prendre la masse de la matière grasse comme la différence entre la masse déterminée en 8.5.16 et cette masse finale.

## 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, de la prise d'essai (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 8.5.16;

$m_2$  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 8.5.18;

$m_3$  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 8.5.16;

$m_4$  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 8.5.16.

Rapporter le résultat à 0,01 % ( $m/m$ ) 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 identique soumis au même essai par le même analyste, dans un court intervalle de temps, ne doit pas dépasser les valeurs suivantes :

— pour des glaces de consommation et préparations pour glaces } 0,03 g de matière grasse pour 100 g de produit;

— pour des préparations pour glaces concentrées } 0,05 g de matière grasse pour 100 g de produit;

— pour des préparations pour glaces en poudre } 0,20 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 les valeurs suivantes :

— pour des glaces de consommation et préparations pour glaces } 0,05 g de matière grasse pour 100 g de produit;

— pour des préparations pour glaces concentrées } 0,10 g de matière grasse pour 100 g de produit;

— pour des préparations pour glaces en poudre } 0,30 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 dans la 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 le récipient pour la récupération de la matière grasse et la salle des balances, lors des deux pesées (8.5.16 et 8.4 ou 8.5.18).

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 la note au chapitre 5 et en 10.1).

### 10.3 Contrôle pour vérifier la présence de 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 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 cm<sup>2</sup> 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 (CuSO<sub>4</sub>·5H<sub>2</sub>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 antioxydants

L'oxyde diéthylique contenant environ 1 mg d'antioxydants par kilogramme est disponible dans certains pays, en particulier 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'antioxydants. S'il est employé à titre de référence, il devra toujours être distillé avant l'emploi.

Dans d'autres pays, l'oxyde diéthylique pourra avoir des teneurs plus élevées en antioxydants, 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'antioxydants. S'il est employé à titre de référence, il devra toujours être distillé avant l'emploi.

### 10.5 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.

## 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 Prise d'essai

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

La prise d'essai doit être transférée 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** Ajouter 6 ml, 8 ml ou 10 ml d'eau à  $65 \pm 2$  °C, selon les besoins (voir 8.2), et suffisamment pour laver la prise d'essai au fond du tube, et mélanger soigneusement.

**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 la prise d'essai diluée au fond du tube. Après addition d'hydroxyde d'ammonium, effectuer la détermination sans attendre.

**A.1.5.3** Chauffer le tube au bain d'eau (6.5) réglé à  $65 \pm 2$  °C, pendant 15 à 20 min, secouer de temps en temps, puis refroidir à la température du laboratoire.

**A.1.5.4** Ajouter 10 ml d'éthanol (5.2) et mélanger doucement mais parfaitement au fond du tube. Ajouter, si on le désire, 2 gouttes de solution rouge-congo (5.3).

**A.1.5.5** Ajouter 25 ml d'oxyde diéthylique (5.4), fermer le tube avec un bouchon en liège (voir 6.6) saturé d'eau, ou avec un bouchon d'une autre matière (voir 6.6) mouillé avec de l'eau et agiter vigoureusement le tube, mais pas trop fort (afin d'éviter la formation d'émulsions persistantes) par des retournements répétés pendant 1 min. Si nécessaire, refroidir le tube à l'eau courante, retirer avec précaution le bouchon en liège ou le dispositif de fermeture et le rincer, ainsi que le col du tube, 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 le tube.

**A.1.5.6** Ajouter 25 ml d'éther de pétrole (5.5), fermer le tube avec le bouchon en liège réhumidifié ou avec l'autre bouchon réhumidifié (en le trempant dans l'eau), et agiter le tube pendant 30 s, pas trop fort, comme décrit en A.1.5.5.

**A.1.5.7** Centrifuger le tube fermé pendant 1 à 5 min à une fréquence de rotation de 500 à 600  $\text{min}^{-1}$ . Si l'on ne dispose pas de centrifugeuse, laisser le tube bouché 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 le tube à l'eau courante.

**A.1.5.8** Retirer avec précaution le bouchon en liège ou l'autre bouchon et le rincer ainsi que le col du tube avec une petite quantité de mélange de solvants de façon que les liquides de rinçage coulent dans le tube.

**A.1.5.9** Introduire un siphon ou une fiole de lavage dans le 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 du tube 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 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.1.5.10** Desserrer le dispositif du col du tube, le soulever légèrement et rincer la partie inférieure de la longue tubulure interne avec un peu de mélange de solvants. Abaisser et réintroduire le dispositif, et transvaser les liquides de rinçage dans le récipient pour la récupération de la matière grasse.

Rincer l'orifice externe du dispositif avec un peu de mélange de solvant, et recueillir les liquides de rinçage dans le récipient. Si on le désire, le solvant ou une partie de solvant peut être éliminé du récipient, par distillation ou évaporation, comme décrit en 8.5.14.