

# NORME INTERNATIONALE

ISO  
8262-2

Première édition  
1987-12-15



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

**Produits laitiers et produits à base de lait —  
Détermination de la teneur en matière grasse par la  
méthode gravimétrique Weibull-Berntrop (Méthode  
de référence) —**

**iTeh STANDARD PREVIEW**

**Partie 2 :**

**(standards.iteh.ai)**

**Glaces de consommation et préparations pour glaces à base  
de lait**

ISO 8262-2:1987

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a1bec242-39e3-43e2-9587-17883b6433ec/iso-8262-2-1987>

*Milk products and milk-based foods — Determination of fat content by the Weibull-Berntrop gravimetric method (Reference method) —*

*Part 2: Edible ices and ice-mixes*

## 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 normalement 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 8262-2 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits agricoles alimentaires*, en collaboration avec la FIL (Fédération internationale de laiterie) et l'AOAC (Association des chimistes analytiques officiels) et sera également publiée par ces organisations. <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a1bec242-39e3-43e2-9587-17883b6433ec/iso-8262-2-1987>

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.

# Produits laitiers et produits à base de lait — Détermination de la teneur en matière grasse par la méthode gravimétrique Weibull-Berntrop (Méthode de référence) —

## Partie 2 :

## Glaces de consommation et préparations pour glaces à base de lait

### 0 Introduction

La présente Norme internationale a été établie en vue de disposer d'une série de méthodes de référence, harmonisées le mieux possible, pour la détermination par gravimétrie de la teneur en matière grasse du lait, des produits laitiers et des aliments à base de lait. Ces méthodes reposent soit sur le principe de Röse-Gottlieb (RG), soit sur celui de Weibull-Berntrop (WB), soit encore sur celui de Schmid-Bondzynski-Ratzlaff (SBR).

Pour la présente partie de l'ISO 8262, concernant les glaces de consommation et les préparations pour glaces à base de lait, dont les teneurs sont élevées en fruit, jaune d'œuf, agent émulsifiant, etc., une méthode basée sur le principe WB a été retenue pour les raisons suivantes :

- a) une quantité élevée des ingrédients ci-dessus ne permettant pas une extraction complète de la matière grasse, donnant ainsi des valeurs par défaut, rend la méthode RG inappropriée;
- b) une teneur généralement élevée en hydrates de carbone augmentant la quantité de composés extractibles par l'éther lors de la minéralisation acide et donnant alors des valeurs trop élevées de la teneur en matière grasse, rend la méthode SBR inappropriée;
- c) la méthode WB, bien qu'impliquant aussi une minéralisation acide, n'est pas troublée par ces composés extractibles par l'éther puisque le minéralisat est filtré et lavé, et que le résidu séché sur le filtre ne contient aucun composé extractible par l'éther de pétrole;
- d) la méthode décrite est déjà utilisée à cette intention dans de nombreux pays.

La méthode originale Weibull était appliquée au pain. Une méthode grandement modifiée, telle que spécifiée dans cette

Norme internationale, a été développée par Berntrop. Cette version a été largement appliquée dans plusieurs pays pour la détermination de la teneur en matière grasse dans de nombreux produits alimentaires.

### 1 Objet et domaine d'application

La présente partie de l'ISO 8262 spécifie la méthode de référence pour la détermination de la teneur en matière grasse des glaces de consommation et des préparations pour glaces à base de lait, pour lesquelles la méthode Röse-Gottlieb n'est pas applicable, car ces produits contiennent des teneurs élevées d'agents stabilisant et épaississant, de jaune d'œuf, de fruit ou des combinaisons de ces constituants.

NOTE — Les glaces de consommation et les préparations pour glaces à base de lait, contenant peu ou guère plus que quelques pourcents des ingrédients précédents, doivent être examinées selon la méthode utilisant le principe RG de l'ISO 7328<sup>1)</sup>.

### 2 Référence

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

### 3 Définition

**teneur en matière grasse :** Toutes les substances déterminées par la méthode décrite dans la présente partie de l'ISO 8262.

Elle est exprimée en pourcentage en masse.

1) ISO 7328, *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)*.

## 4 Principe

Minéralisation d'une prise d'essai en la portant à ébullition avec de l'acide chlorhydrique dilué, filtration du minéralisat chaud sur un papier filtre humide pour retenir les substances grasses, extraction de la matière grasse retenue sur le papier filtre séché à l'aide de *n*-hexane ou d'éther de pétrole, élimination du solvant par distillation ou évaporation, puis pesée des substances extraites. (Méthode habituellement connue sous le nom de Weibull-Berntrop.)

## 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.

**5.1 Acide chlorhydrique**, solution à environ 20 % (*m/m*) d'HCl,  $\rho_{20} = 1,10$  g/ml environ.

Diluer 100 ml d'acide chlorhydrique concentré ( $\rho_{20} = 1,18$  g/ml) avec 100 ml d'eau et mélanger.

**5.2 Solvant d'extraction**, exempt d'eau : *n*-hexane ou éther de pétrole ayant un point d'ébullition compris entre 30 et 60 °C.

Pour vérifier la qualité du solvant d'extraction, distiller 100 ml à partir d'une fiole d'extraction (6.4) préparée comme spécifié en 8.4. Utiliser une fiole vide d'extraction préparée de la même façon, pour les contrôles de masse (voir 10.1). Le solvant ne doit pas laisser de résidus supérieurs à 1,0 mg.

Remplacer ou distiller le solvant s'il ne remplit pas ces conditions.

**5.3 Papiers filtres**, de 150 mm de diamètre, plissés, à filtration moyenne, de préférence dégraissés.

Pour vérifier la qualité du papier filtre, effectuer un essai à blanc comme spécifié en 8.3, à l'aide d'un solvant satisfaisant aux exigences de 5.2. Utiliser une fiole d'extraction vide (6.4), préparée comme spécifié en 8.4 pour les contrôles de masse (voir 10.1). Le papier ne doit pas laisser de résidus supérieurs à 2,5 mg.

Remplacer le papier filtre non satisfaisant.

**5.4 Papier tournesol.**

**5.5 Terre de diatomées** (facultatif, voir 8.5.3).

**5.6 Lactose pur** (facultatif, voir 8.5.3).

**5.7 Tampon de coton**, dégraissé par extraction à l'aide du solvant (5.2) pendant 1,5 h et séché.

## 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 Broyeur**, pour le broyage de l'échantillon pour laboratoire, si nécessaire; par exemple, hachoir alimentaire ou broyeur à haute vitesse avec un bol d'une capacité de 1 litre, muni d'un couvercle.

**6.3 Appareil d'extraction**, continu ou semi-continu, par exemple de type Soxhlet, constitué d'une fiole d'extraction (à fond plat et à col étroit) d'une capacité de 150 ml, d'un extracteur permettant de siphonner un volume de 40 à 60 ml et d'un réfrigérant à reflux efficace, muni d'un tube à dessiccation ou d'un tampon de coton.

**6.4 Fioles d'extraction**, de 150 ml de capacité, à fond plat et à col étroit.

**6.5 Cartouches d'extraction**, faites en papier filtre dégraissé, verre, oxyde d'aluminium ou PTFE<sup>1)</sup>, n'apportant aucun résidu lors de l'essai à blanc, ou faites en cellulose, monocouche, de 22 mm de diamètre intérieur et de 80 mm de longueur, pour utilisation avec l'appareil d'extraction (6.3).

**6.6 Bains d'eau**, réglables aux températures suivantes :

40 à 60 °C (voir 8.1.2);

30 à 40 °C (voir 8.1.3).

**6.7 Appareil de chauffage**, pour l'appareil d'extraction, par exemple bain d'eau, bain de sable ou plaque chauffante thermostatée.

**6.8 Régulateurs d'ébullition**, exempts de matière grasse, tels que billes de verre, morceaux de porcelaine non friable et non poreuse ou carbure de silicium.

**6.9 Fiole conique**, de 250 ml de capacité, munie d'un réfrigérant à reflux, de préférence du type Liebig.

**6.10 Appareil de chauffage**, pour chauffer une fiole conique avec le condenseur à reflux, par exemple une toile métallique et un brûleur à gaz, une plaque chauffante ou un bain de sable.

**6.11 Entonnoir pour filtration**, qui convient à l'utilisation du papier filtre plissé (5.3).

1) Polytetrafluoroéthylène.

**6.12 Bêchers à bec**, de 100 et 250 ml de capacité.

**6.13 Appareil de distillation**, pour permettre au solvant d'être soigneusement distillé de la fiole à une température inférieure à 100 °C.

**6.14 Étuve à dessiccation**, à chauffage électrique, munie d'ouïes de ventilation complètement ouvertes, réglable à une température de  $102 \pm 2$  °C, uniforme en tous points. L'étuve doit être munie d'un thermomètre approprié.

**6.15 Éprouvettes graduées**, de 50, 100 et 250 ml de capacité.

**6.16 Pincettes métalliques**, appropriées pour tenir les fioles ou bêchers.

**6.17 Pincettes**, à extrémités aplaties, pour tenir filtres et cartouches.

## 7 Échantillonnage

Voir ISO 707.

Tous les échantillons pour laboratoire liquides, visqueux ou pâteux doivent être conservés à une température comprise entre 2 et 4 °C, depuis l'échantillonnage jusqu'au début du mode opératoire. Dans le cas d'une boîte de conserve scellée, la conserver fermée à une température inférieure à 20 °C.

Les échantillons pour laboratoire de glaces de consommation congelés doivent être gardés à une température n'excédant pas - 18 °C depuis l'échantillonnage jusqu'au début du mode opératoire.

## 8 Mode opératoire

### 8.1 Préparation de l'échantillon pour essai

#### 8.1.1 Glaces de consommation congelées

Après avoir enlevé la couche qui n'est pas de la glace, couper l'échantillon pour laboratoire 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 congelé. Préparer les échantillons pour essai individuellement à partir de chaque couche de la façon suivante pour des analyses séparées.

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 liquides

Secouer et retourner le récipient. Ouvrir le récipient, verser doucement le produit dans un second récipient (muni d'un couvercle étanche) et mélanger par transvasements répétés, en faisant attention d'incorporer dans l'échantillon, de la matière grasse ou d'autres constituants adhérant à la paroi ou aux extrémités du premier récipient. Si le produit contient encore des grumeaux ou des morceaux, homogénéiser avec un mélangeur approprié (6.2). Enfin, transvaser le produit aussi complètement que possible dans le second récipient. Fermer ce récipient.

Si nécessaire, conditionner le récipient qui n'a pas été ouvert dans le bain d'eau (6.6), réglé entre 40 et 60 °C. Retirer et secouer le récipient vigoureusement toutes les 15 min. Au bout de 2 h, enlever le récipient, sécher l'extérieur avec du papier Joseph et le laisser refroidir à température ambiante. Ôter entièrement le couvercle et mélanger avec soin le contenu à l'aide d'une cuillère ou d'une spatule. (Si la matière grasse se sépare, ne pas tester l'échantillon). Transvaser le produit aussi complètement que possible dans le second récipient. Fermer ce récipient.

#### 8.1.3 Préparations concentrées pour glaces visqueuses ou pâteuses

Ouvrir le récipient et mélanger les contenus avec soin à l'aide d'une cuillère ou d'une spatule. Utiliser, si possible, un mouvement de rotation de haut en bas, afin que les couches supérieures et le contenu des coins inférieurs du récipient soient remués et mélangés. Faire attention d'incorporer à l'échantillon de la matière grasse ou d'autres composés adhérant à la paroi et aux extrémités du récipient. Si le produit contient encore des grumeaux ou des morceaux, l'homogénéiser avec un mélangeur approprié (6.2). Transvaser le produit aussi complètement que possible dans un second récipient (muni d'un couvercle étanche). Fermer ce récipient.

Si nécessaire, conditionner le récipient qui n'a pas été ouvert dans un bain d'eau (6.6), réglé entre 30 et 40 °C. Retirer le récipient, sécher l'extérieur avec du papier Joseph et l'ouvrir. Racler tout le produit adhérant à l'intérieur du récipient, le transvaser dans une capsule suffisamment large pour permettre une agitation minutieuse et mélanger jusqu'à obtenir une masse homogène. Transvaser le produit, aussi complètement que possible dans un second récipient, comme précédemment. Fermer ce récipient.

#### 8.1.4 Produits secs

Mélanger soigneusement par rotations et retournements répétés 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, l'homogénéiser avec un mélangeur approprié (6.2).

## 8.2 Prise d'essai

Mélanger l'échantillon pour essai (8.1) par agitation (dans le cas de produits visqueux, pâteux ou secs) ou soigneusement par retournements de la bouteille trois ou quatre fois (dans le cas de produits liquides), puis peser immédiatement dans une fiole conique (6.9), directement ou par différence, à 1 mg près, 3 à 20 g de l'échantillon pour essai correspondant à 3,0 – 3,5 g de matière sèche. La prise d'essai ne doit pas contenir plus de 1,0 g de matière grasse; pour répondre à cette exigence, il peut être nécessaire de prélever une plus petite prise d'essai.

La prise d'essai doit être déposée aussi complètement que possible au fond de la fiole (6.9).

## 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 diluée (voir 8.5.1) par 25 ml d'eau (voir 10.2).

## 8.4 Préparation de la fiole d'extraction

Sécher à l'étuve (6.14) réglée à  $102 \pm 2^\circ\text{C}$ , pendant 1 h, une fiole (6.4) contenant quelques régulateurs d'ébullition (6.8) pour permettre une ébullition modérée au cours de l'extraction et l'élimination ultérieure du solvant.

Laisser refroidir la fiole (à l'abri de la poussière) pendant au moins 0,5 h, à la température de la salle des balances.

NOTE — La fiole ne doit pas être placée dans un dessiccateur afin d'éviter un refroidissement insuffisant ou des périodes de refroidissement exagérément prolongées.

À l'aide des pinces (6.16) (pour éviter, en particulier, des changements de température), placer la fiole sur la balance et la peser à 0,1 mg près.

## 8.5 Détermination

**8.5.1** Ajouter de l'eau à  $30^\circ\text{C}$  à la prise d'essai (8.2) pour obtenir un volume total de 25 ml (de façon à réaliser une solution d'acide chlorhydrique à 4 mol/l en 8.5.2) et agiter doucement.

NOTE — Pour l'addition éventuelle de lactose, voir la note en 8.5.3.

**8.5.2** Ajouter 50 ml de solution d'acide chlorhydrique (5.1) à la prise d'essai diluée, en rinçant les parois de la fiole conique lors de l'addition et mélanger avec soin à l'aide d'un mouvement rotatoire. Relier la fiole au réfrigérant et la chauffer jusqu'à ce que son contenu arrive à ébullition, puis laisser bouillir doucement pendant 30 min en agitant avec un mouvement rotatoire de temps en temps.

**8.5.3** Rincer l'intérieur du réfrigérant avec environ 75 ml d'eau chaude prélevés dans 150 ml d'eau chaude (à au moins  $80^\circ\text{C}$ ), retirer la fiole conique du réfrigérant et ajouter le reste de l'eau chaude dans la fiole, afin de rincer le col et la paroi interne.

Ajouter, si on le désire, (recommandé, en particulier, dans le cas de faibles teneurs en matière grasse solide), 1 g de terre de diatomées (5.5) ou environ  $100\text{ cm}^2$  de morceaux de papier filtre dégraissé, afin d'accélérer la filtration.

NOTE — La filtration peut aussi être améliorée par l'addition de 1 g de lactose pur (5.6) à la prise d'essai diluée en 8.5.1.

**8.5.4** Filtrer immédiatement le contenu de la fiole, en le versant à l'aide d'une baguette de verre sur un papier filtre plissé (5.3) soigneusement humidifié avec de l'eau chaude et placé sur l'entonnoir (6.11). Rincer avec soin la fiole trois fois avec de l'eau chaude, en transvasant quantitativement, toujours à l'aide de la baguette de verre, les liquides de rinçage sur le papier filtre, puis laver, enfin, le papier filtre au moins 3 fois avec de l'eau chaude, jusqu'à ce que les liquides de rinçage soient exempts d'acide, ce qui est indiqué par le papier tournesol (5.4). Ne pas utiliser plus de 400 ml d'eau. Laisser bien égoutter le filtre.

**8.5.5** Enlever le papier filtre de l'entonnoir à l'aide des pincettes (6.17) et l'introduire dans une cartouche d'extraction (6.5) de telle manière que le bord supérieur du papier soit au moins situé à 20 mm au-dessous du rebord. Placer la cartouche dans un bécher de 100 ml (6.12).

**8.5.6** Sécher pendant 1 h à 1,5 h le bécher et son contenu, ainsi que la fiole conique avec la baguette de verre dans l'étuve à dessiccation (6.14), réglée à  $102 \pm 2^\circ\text{C}$ . Retirer le bécher et la fiole de l'étuve et laisser refroidir.

NOTE — Il convient que le filtre soit soigneusement séché, sinon la matière grasse ne sera pas totalement extraite. Au cas où sont utilisés un filtre très humide et un extracteur continu, des gouttes d'eau contenant des composés solubles peuvent contaminer l'extrait, ceux-ci étant responsables d'une coloration brune de l'extrait et d'une surestimation des teneurs en matière grasse.

**8.5.7** Prendre la cartouche avec les pincettes (6.17), boucher sans serrer la cartouche avec du coton (5.7) et la placer dans l'extracteur. Mesurer 100 ml de *n*-hexane ou d'éther de pétrole (5.2) dans une éprouvette; utiliser des fractions de solvant pour rincer le bout des pincettes, l'intérieur du bécher, la fiole conique et la baguette de verre, et recueillir les liquides de rinçage dans la fiole d'extraction préparée (voir 8.4). Ajouter le reste de solvant à la fiole d'extraction, afin de rincer le col interne.

**8.5.8** Relier la fiole d'extraction à l'extracteur contenant la cartouche, puis l'extracteur au réfrigérant à reflux et chauffer la fiole pendant environ 4 h, de telle manière que la cartouche et son contenu soient extraits avec au moins 1 000 ml de solvant (20 siphonnages).

**8.5.9** Retirer la fiole de l'appareil d'extraction et rincer le col intérieur de la fiole et l'extrémité du réfrigérant avec un peu de solvant. Puis distiller avec ménagement tout le solvant contenu dans la fiole. Si un bain d'eau est utilisé, essuyer soigneusement l'extérieur de la fiole pour enlever toute l'eau adhérente.

**8.5.10** Chauffer pendant 1 h la fiole d'extraction (fiole placée en position inclinée pour permettre aux vapeurs de solvant de s'échapper) dans l'étuve à dessiccation (6.14), réglée à  $102 \pm 2^\circ\text{C}$  pendant 1 h. Retirer la fiole de l'étuve et la laisser refroidir (pas dans un dessiccateur, mais à l'abri de la poussière)

à la température de la salle des balances (pendant au moins 0,5 h) et la peser à 0,1 mg près. Ne pas essuyer la fiole juste avant la pesée. Placer la fiole sur la balance à l'aide des pinces (pour éviter, en particulier, les variations de température).

**8.5.11** Répéter les opérations décrites en 8.5.10 jusqu'à ce que la masse de la fiole diminue de 1,0 mg, ou moins, ou augmente entre deux pesées successives. Noter la masse minimale comme étant la masse de la fiole et de la matière extraite.

## 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, de la fiole d'extraction et de la matière extraite déterminée en 8.5.11;

$m_2$  est la masse, en grammes, de la fiole préparée (voir 8.4);

$m_3$  est la masse, en grammes, de la fiole d'extraction utilisée pour l'essai à blanc (8.3) et de la matière extraite déterminée comme en 8.5.11;

$m_4$  est la masse, en grammes, de la fiole préparée (voir 8.4) utilisée pour l'essai à blanc (8.3).

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<sup>1)</sup>.

#### 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 produits dont la teneur en matière grasse est supérieure à 20 % ( $m/m$ ) :

1 % de la teneur en matière grasse

— pour des produits dont la teneur en matière grasse est comprise entre 5 et 20 % ( $m/m$ ) :

0,2 g de matière grasse pour 100 g de produit

— pour des produits dont la teneur en matière grasse est inférieure ou égale à 5 % ( $m/m$ ) :

0,01 g de matière grasse pour 100 g de produit

— pour des produits liquides dont la teneur en matière grasse est supérieure à 5 % ( $m/m$ ) :

1 % de la teneur en matière grasse

— pour des produits liquides dont la teneur en matière grasse est inférieure ou égale à 5 % ( $m/m$ ) :

0,05 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 produits dont la teneur en matière grasse est supérieure à 20 % ( $m/m$ ) :

2 % de la teneur en matière grasse

— pour des produits dont la teneur en matière grasse est comprise entre 5 et 20 % ( $m/m$ ) :

0,4 g de matière grasse pour 100 g de produit

— pour des produits dont la teneur en matière grasse est inférieure ou égale à 5 % ( $m/m$ ) :

0,2 g de matière grasse pour 100 g de produit

— pour des produits liquides dont la teneur en matière grasse est supérieure à 5 % ( $m/m$ ) :

2 % de la teneur en matière grasse

— pour des produits liquides dont la teneur en matière grasse est inférieure ou égale à 5 % ( $m/m$ ) :

0,1 g de matière grasse pour 100 g de produit

## 10 Notes sur le mode opératoire

### 10.1 Essais à blanc pour contrôler le solvant et les papiers filtres

Dans ces essais 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

1) ISO 5725, *Fidélité des méthodes d'essai — Détermination de la répétabilité et de la reproductibilité d'une méthode d'essai normalisée par essais interlaboratoires.*

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 un essai à blanc en utilisant un récipient pour la matière grasse, avec environ 1 g de matière grasse de beurre anhydre. Si nécessaire, distiller les solvants en présence d'environ 1 g de matière grasse de beurre anhydre pour 100 ml de solvant. Utiliser les solvants juste 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 entre le récipient pour la récupération de la matière grasse et la salle des balances, lors des deux pesées (8.4 et 8.5.11).

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 3 mg. On rencontre assez souvent des valeurs légèrement supérieures jusqu'à 5 mg. Après correction de ces valeurs, les résultats seront toujours précis. Quand les corrections d'une valeur

supérieure à 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 3 mg, les réactifs devront être contrôlés (si ceci n'a pas été fait récemment) et devront être remplacés ou purifiés (voir 5.2 et 5.3).

## 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 partie de l'ISO 8262, 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 5 mg.

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

## 12 Bibliographie

WEIBULL, M., *Z. angew. Chemie* (1892) 450.

WEIBULL, M., *Z. angew. Chemie* (1894) 199.

BERNTROP, J. C., *Z. angew. Chemie* (1902) 11.

KONING, J. C. and MOOY, W. C., *Pharmaceutisch Weekblad* 53 (1916) 507.

ISO 1443, *Viandes et produits à base de viande — Détermination de la teneur en matière grasse totale.*

---

CDU 543.21 : 637.1/.3.043

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

Prix basé sur 6 pages

---