

# NORME INTERNATIONALE

ISO  
8381

Première édition  
1987-12-15



---

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

---

**Aliments à base de lait pour enfants en bas âge —  
Détermination de la teneur en matière grasse —  
Méthode gravimétrique Röse-Gottlieb (Méthode de  
référence)**

**iTeh STANDARD PREVIEW**

*Milk-based infant foods — Determination of fat content — Röse-Gottlieb gravimetric method  
(Reference method)*

[ISO 8381:1987](https://standards.itih.ai/catalog/standards/sist/ccf1983b-3bab-4f24-a13b-66659a6123d5/iso-8381-1987)

<https://standards.itih.ai/catalog/standards/sist/ccf1983b-3bab-4f24-a13b-66659a6123d5/iso-8381-1987>

## 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 8381 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.

[ISO 8381:1987](#)

<https://standards.itih.ai/catalog/standards/sist/ccf1983b-3bab-4f24-a13b-66659e012245/is-8381-1987>

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.

# Aliments à base de lait pour enfants en bas âge — Détermination de la teneur en matière grasse — Méthode gravimétrique Röse-Gottlieb (Méthode de référence)

## 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 gravimétrique de la teneur en matière grasse du lait, des produits laitiers et des produits 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 cette Norme internationale, concernant les aliments à base de lait pour enfants en bas âge ne contenant pas, ou ne contenant pas plus de 5 % (*m/m*) (de la matière sèche) d'amidon, de dextrines, de légumes, de fruits, de viande, etc., une méthode basée sur le principe RG a été retenue pour les raisons suivantes:

a) pour des produits à teneur élevée en lactose et autres hydrates de carbone, tels que des aliments à base de lait pour enfants en bas âge, la méthode RG impliquant une dissolution dans l'ammoniaque est, en principe, préférable à une méthode mettant en jeu une minéralisation à l'acide chlorhydrique (méthode de Schmid-Bondzynski-Ratzlaff ou de Weibull-Berntrop). Cette préférence est basée sur le fait que, lors de la minéralisation acide, les composés solubles dans l'éther et une quantité importante de matière carbonisée sont formés à partir des hydrates de carbone et gênent l'extraction;

b) de nombreux types d'aliments pour enfants en bas âge sont des aliments à base de lait qui ne contiennent pas ou ne contiennent pas plus de quelques pourcents d'amidon ou de dextrines; ainsi, ils peuvent être examinés selon la méthode RG. Dans le cas de produits contenant plus de 5 % (*m/m*) (de la matière sèche) d'amidon, de dextrines, de légumes, de fruits ou de viande, etc., il faut avoir recours à la méthode utilisant le principe de Weibull-Berntrop<sup>1)</sup>.

Les détails de la détermination sont basés sur la méthode Röse-Gottlieb révisée pour le lait, décrite dans l'ISO 1211<sup>2)</sup>, compre-

nant des modifications en vue d'améliorer la fidélité de la méthode. Une explication de ces modifications est donnée dans l'introduction de l'ISO 1211.

## 1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de référence pour la détermination de la teneur en matière grasse des aliments à base de lait liquides, concentrés et séchés pour enfants en bas âge, ne contenant pas ou ne contenant pas plus de 5 % (*m/m*) (de la matière sèche) d'amidon, de dextrines, de légumes, de fruits, de viandes, etc. (Les malto-dextrines ne contenant pas de dextrines de haut poids moléculaire, souvent présentes dans les aliments pour enfants en bas âge, ne troublent pas l'extraction par la méthode Röse-Gottlieb, même si elles sont présentes en pourcentage élevé.)

NOTE — Si le produit ne se dissout pas complètement dans l'ammoniaque, du fait de la présence d'un certain pourcentage d'amidon, de dextrines, de grumeaux compacts, ou s'il contient des acides gras libres en quantités notables, le résultat de la détermination sera trop faible. Avec de tels produits, on aura recours à la méthode utilisant le principe Weibull-Berntrop<sup>1)</sup>.

## 2 Références

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

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

## 3 Définition

**teneur en matière grasse dans les aliments pour enfants en bas âge:** Toutes les substances déterminées selon la méthode spécifiée dans la présente Norme internationale.

Elle est exprimée en pourcentage en masse.

1) Voir ISO 8261-1, *Produits laitiers et aliments à base de lait — Détermination de la teneur en matière grasse par la méthode gravimétrique Weibull-Berntrop (Méthode de référence) — Partie 1: Aliments pour enfants en bas âge.*

2) ISO 1211, *Lait — Détermination de la teneur en matière grasse — Méthode gravimétrique (Méthode de référence).*

## 4 Principe

Extraction d'une solution ammoniac-éthanolique d'une prise d'essai liquide, diluée ou dissoute, 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 connue sous le nom 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 mentionné en 8.3. Pour les contrôles de masses, utiliser un récipient vide de récupération de la matière grasse, préparé comme décrit 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 distiller les solvants qui ne remplissent pas cette condition.

### 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 au méthanol, à 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 8.5.4). 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), ne contenant pas, ou contenant pas plus de 2 mg/kg d'antioxygènes et en se conformant aux prescriptions de l'essai à blanc (voir les paragraphes d'introduction au chapitre 5, et aussi 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 à volume égal d'oxyde diéthylique (5.4) et d'éther de pétrole (5.5).

## 6 Appareillage

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

Matériel courant de laboratoire, et notamment :

### 6.1 Balance analytique.

**6.2 Centrifugeuse**, dans laquelle les fioles ou les tubes (6.6) d'extraction peuvent être centrifugés à une fréquence de rotation de 500 à 600  $\text{min}^{-1}$ , afin d'obtenir une accélération de 80g à 90g à l'extrémité extérieure des fioles ou des tubes.

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

**6.3 Appareil de distillation ou d'évaporation**, permettant de distiller les solvants et l'éthanol des fioles de récupération de la matière grasse, ou de les évaporer des béchers et des capsules (voir 8.5.10 et 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  $102 \pm 2$  °C, uniforme en tous points. L'étuve doit être munie d'un thermomètre approprié.

### 6.5 Bains d'eau, réglables aux températures suivantes :

40 à 60 °C (voir 8.1.1);

30 à 40 °C (voir 8.1.2);

40 à 50 °C (voir 8.5.1);

60 à 70 °C (voir 8.5.3).

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

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

Les fioles (ou les tubes, voir la note) doivent être munis de bouchons en liège de bonne qualité, ou de bouchons en une autre matière [par exemple, caoutchouc siliconé ou PTFE<sup>1)</sup>] inaltérables 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 (mais non à l'ébullition) pendant au moins 15 min et ensuite mis à refroidir dans l'eau de façon à en être imprégnés au moment de l'emploi.

1) Polytétrafluoroéthylène

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

**6.8 Flacon de lavage**, pour le mélange de solvants (5.6). Ne pas utiliser de flacon de lavage en plastique.

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

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

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

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

**6.12 Pipettes graduées**, de 10 ml de capacité.

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

## 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 à partir du moment de l'échantillonnage jusqu'au début du mode opératoire. Dans le cas d'une boîte de conserve scellée ou d'une bouteille, la conserver fermée à une température inférieure à 20 °C.

## 8 Mode opératoire

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

### 8.1 Préparation de l'échantillon pour essai

#### 8.1.1 Produits 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 adhérents à la paroi ou aux extrémités du premier récipient. 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 (6.5), réglé entre 40 et 60 °C. Retirer et secouer le récipient vigoureusement toutes les 15 min. Au bout

de 2 h, retirer 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.

#### 8.1.2 Produits visqueux ou pâteux

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 adhérent à la paroi et aux extrémités du récipient. 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 (6.5), réglé entre 30 et 40 °C. Retirer le récipient, sécher l'extérieur avec du papier Joseph et l'ouvrir. Racler tout le produit adhérent 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.

#### 8.1.3 Produits secs

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.

### 8.2 Prise d'essai

Mélanger l'échantillon pour essai (8.1) par agitation douce (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 (6.6), directement ou par différence, à 1 mg près, 1,5 à 10 g de l'échantillon pour essai correspondant à 1,0-1,5 g de matière sèche.

La prise d'essai doit être placée aussi complètement que possible dans le bulbe inférieur (étroit) de la fiole d'extraction (6.6).

### 8.3 Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc simultanément à la détermination, en utilisant le même mode opératoire et les mêmes réactifs, mais en remplaçant la prise d'essai diluée comme décrit en 8.5.1, par 10 ml d'eau (voir 10.2).

### 8.4 Préparation du récipient de récupération de la matière grasse

Sécher le récipient (6.9) contenant quelques régulateurs d'ébullition (6.10) pendant 1 h dans l'étuve (6.4) réglée à  $102 \pm 2$  °C (voir note 1).

Laisser refroidir le récipient (protégé 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)].

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

NOTES

1 Les régulateurs d'ébullition sont nécessaires pour permettre une ébullition modérée pendant l'élimination du solvant, spécialement dans le cas des récipients en verre; leur utilisation est facultative dans le cas des capsules métalliques.

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

8.5 Détermination

8.5.1 Ajouter à la prise d'essai, si nécessaire, de l'eau à  $65 \pm 5$  °C, pour obtenir un volume total de 10 à 11 ml, et de façon à entraîner la prise d'essai dans le bulbe étroit de la fiole. Secouer soigneusement en réchauffant légèrement dans un bain d'eau (6.5) réglé à 40-50 °C, jusqu'à ce que le produit soit complètement dispersé. Refroidir sous l'eau courante.

8.5.2 Ajouter 1,5 à 2 ml de la solution d'hydroxyde d'ammonium (5.1) ou un volume équivalent d'une solution plus concentrée (voir la note en 5.1). Mélanger vigoureusement avec la prise d'essai dispersée dans le bulbe étroit de la fiole. Après addition de l'hydroxyde d'ammonium, continuer la détermination sans attendre.

8.5.3 Chauffer la fiole dans le bain d'eau (6.5) à  $65 \pm 5$  °C pendant 15 à 20 min, en agitant de temps en temps (facultatif dans le cas de produits liquides), puis laisser refroidir à la température du laboratoire.

8.5.4 Ajouter 10 ml d'éthanol (5.2). Mélanger doucement mais complètement le contenu de la fiole en lui imprimant un mouvement de va-et-vient entre les deux bulbes; éviter d'amener le liquide trop près du col de la fiole. 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 un autre dispositif de fermeture imprégné d'eau, et agiter la fiole vigoureusement mais sans excès (de façon à éviter la formation d'émulsions persistantes), pendant 1 min en position horizontale, le bulbe étroit étant en haut, en laissant de temps en temps le liquide du bulbe large passer dans le bulbe étroit. Si nécessaire, refroidir la fiole sous l'eau courante, puis retirer avec précaution le bouchon en 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 du flacon de lavage (6.8), de façon que les liquides de rinçage coulent dans la fiole ou le récipient préparé (voir 8.4) pour la récupération de la matière grasse.

8.5.6 Ajouter 25 ml d'éther de pétrole (5.5), boucher la fiole avec le bouchon en liège humidifié à nouveau, ou le dispositif

de fermeture réhumidifié (par trempage dans l'eau), et agiter doucement la fiole pendant 30 s comme décrit en 8.5.5.

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

8.5.8 Enlever avec précaution le bouchon en liège ou le dispositif de fermeture et le rincer, ainsi que l'intérieur du col de la fiole, avec un peu de mélange de solvants, de façon que les liquides de rinçage coulent dans la fiole ou le récipient préparé pour la récupération de la matière grasse.

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

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

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

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

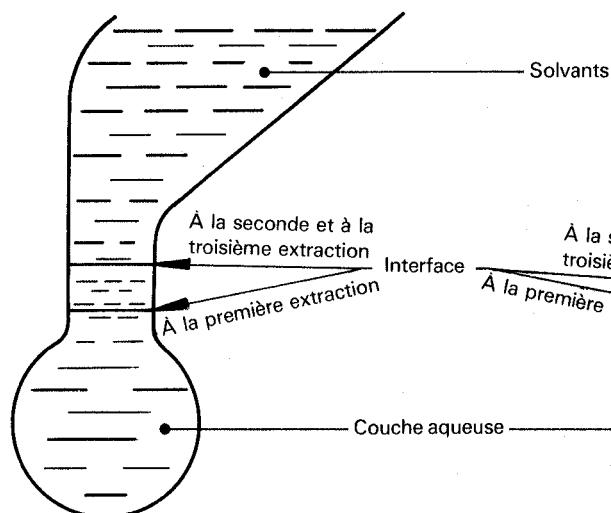
Si on le désire, les solvants ou une partie des solvants peuvent être éliminés du récipient, par distillation ou évaporation, comme décrit en 8.5.14.

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.

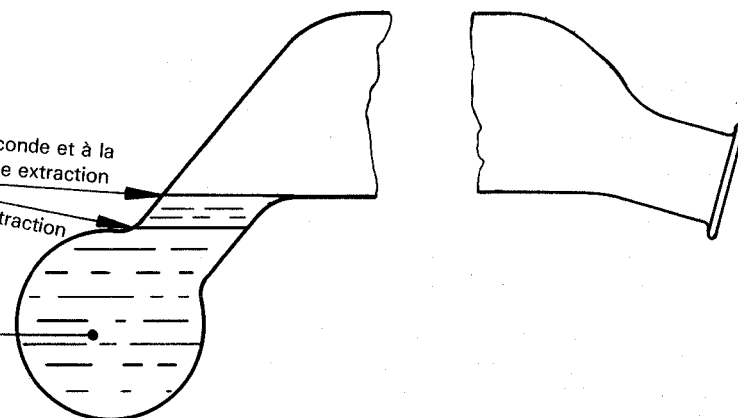
8.5.12 Effectuer une seconde extraction (sans addition d'éthanol) en recommençant les opérations décrites de 8.5.5 à 8.5.10 inclus, mais en utilisant seulement 15 ml d'oxyde diéthylique (5.4) et 15 ml d'éther de pétrole (5.5); utiliser l'oxyde diéthylique pour rincer l'intérieur du col de la fiole d'extraction.

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

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.



**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)

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

NOTE — La troisième extraction n'est pas à effectuer pour les produits ayant une teneur en matière grasse de 3 % ( $m/m$ ) ou moins.

**8.5.14** Éliminer les solvants (éthanol compris) aussi complètement que possible de la fiole, par distillation, ou du béccher 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 de récupération de la matière grasse (fiole placée en position inclinée afin de permettre aux vapeurs de solvants de s'échapper) pendant 1 h dans l'étuve à dessiccation (6.4) réglée à  $102 \pm 2$  °C. Retirer le récipient de l'étuve, laisser refroidir (non dans un dessiccateur, mais protégé de la poussière) à la température de la salle des balances (récipient en verre pendant au moins 1 h, capsule métallique pendant au moins 0,5 h) et peser à 0,1 mg près.

Ne pas essuyer le récipient juste avant la pesée. Placer le récipient sur la balance au moyen d'une paire de pinces (6.13) (pour éviter, en particulier, des variations de température).

**8.5.16** Répéter les opérations décrites en 8.5.15, jusqu'à ce que la masse du récipient de récupération de la matière grasse diminue de 0,5 mg ou moins, ou augmente, entre deux pesées successives. Noter la masse minimale comme étant la masse du récipient de récupération de la matière grasse et de la matière extraite.

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

Si la matière extraite est entièrement soluble dans l'éther de pétrole, prendre la masse de la matière grasse comme la différence entre la masse finale du récipient contenant la matière extraite (voir 8.5.16) 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, extraire complètement la matière grasse du récipient par des lavages répétés avec de l'éther de pétrole chaud.

NOTE — La législation nationale peut rendre obligatoire une telle extraction, de façon générale ou dans les cas particuliers.

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 de récupération de la matière grasse et de la matière extraite, déterminée en 8.5.16;

$m_2$  est la masse, en grammes, du récipient préparé pour la récupération de la matière grasse (voir 8.4) ou, dans le cas de la matière non dissoute, du récipient de récupération de la matière grasse et du résidu insoluble, déterminée en 8.5.18;

$m_3$  est la masse, en grammes, du récipient de récupération de la matière grasse utilisé pour l'essai à blanc (8.3) et de la matière extraite, déterminée en 8.5.16;

$m_4$  est la masse, en grammes, du récipient de récupération de la matière grasse (voir 8.4) utilisé pour l'essai à blanc (8.3) ou, dans le cas de la matière non dissoute, du récipient de récupération de la matière grasse et du résidu insoluble, déterminée en 8.5.18.

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 5 % ( $m/m$ ):
  - 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 % ( $m/m$ ):
  - 0,1 g de matière grasse pour 100 g de produit
- pour des produits liquides:
  - 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 5 % ( $m/m$ ):
  - 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:
  - 0,1 g de matière grasse pour 100 g de produit

## 10 Notes sur le mode opératoire

### 10.1 Essai à blanc pour contrôler les réactifs

Dans cet essai à blanc, un récipient de contrôle de la masse doit être utilisé de façon que les changements des conditions atmosphériques de la salle des balances ou que les effets de la température du récipient de récupération de la matière grasse ne révèlent pas faussement la présence ou l'absence de matières non volatiles dans l'extrait des réactifs. Ce récipient doit être utilisé comme un contrepoids dans le cas d'une balance à plateaux. Par ailleurs, les écarts de la masse apparente ( $m_3 - m_4$  dans la formule en 9.1) du récipient de contrôle doivent être retenus lors du contrôle de la masse du récipient de récupération de la matière grasse utilisé pour l'essai à blanc. Par suite, le changement 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 la nouvelle matière grasse du beurre anhydre. Si nécessaire, distiller les solvants en présence d'environ 1 g de matière grasse du beurre anhydre pour 100 ml de solvant. Les solvants ainsi traités ne doivent être conservés que pendant de courtes périodes après distillation.

### 10.2 Essai à blanc effectué en même temps que la détermination

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

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.*



supérieures, jusqu'à 2,5 mg. Après correction de ces valeurs, les résultats seront toujours précis. Quand les corrections d'une valeur supérieure à 2,5 mg sont appliquées, il devra en être fait mention dans le procès-verbal d'essai (chapitre 11).

Si la valeur obtenue dans l'essai à blanc dépasse réellement 0,5 mg, les réactifs devront être contrôlés si ceci n'a pas été fait récemment. Les réactifs impurs ou ayant des traces devront être remplacés ou purifiés (voir les paragraphes d'introduction au chapitre 5, ainsi que 10,1).

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

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

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

Pour être sûr que l'oxyde diéthylique, sans antioxygène, est exempt de peroxydes, et en reste exempt, traiter l'oxyde diéthylique comme ci-dessous au moins 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 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 antioxygènes

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

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

### 10.5 Éthanol

L'éthanol dénaturé autrement que par le méthanol peut être utilisé pourvu que cela n'affecte pas le résultat 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.

## Bibliographie

- [1] HOSTETTLER, H. *Rapport FIL n° 51* (1957).