

---

---

**Lait et produits laitiers — Détermination de  
la teneur en matière grasse — Directives  
générales pour l'utilisation des méthodes  
butyrométriques**

*Milk and milk products — Determination of fat content — General guidance  
on the use of butyrometric methods*

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 11870:2000

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/63b6fa78-f2f7-4042-952b-74078944f6b8/iso-11870-2000>



**PDF – Exonération de responsabilité**

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO 11870:2000](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/63b6fa78-f2f7-4042-952b-74078944f6b8/iso-11870-2000)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/63b6fa78-f2f7-4042-952b-74078944f6b8/iso-11870-2000>

© ISO 2000

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office  
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20  
Tel. + 41 22 749 01 11  
Fax. + 41 22 734 10 79  
E-mail [copyright@iso.ch](mailto:copyright@iso.ch)  
Web [www.iso.ch](http://www.iso.ch)

Imprimé en Suisse

## 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 en général 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. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 3.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments de la présente Norme internationale peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

La Norme internationale ISO 11870 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits agricoles alimentaires*, sous-comité SC 5, *Lait et produits laitiers*, en collaboration avec la Fédération internationale de laiterie (FIL) et l'AOAC International (Association des chimistes analytiques officiels); elle sera également publiée par ces deux organisations.

L'annexe A constitue un élément normatif de la présente Norme internationale; elle fournit des informations complémentaires ayant trait aux limites des méthodes butyrométriques spécifiques.

ISO 11870:2000  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/63b6fa78-12f7-4042-952b-74078944f6b8/iso-11870-2000>

## Introduction

Les méthodes de référence décrites pour la détermination de la teneur en matière grasse dans le lait et les produits laitiers sont d'application longue et nécessitent une certaine expérience pour l'obtention de résultats fiables.

Les techniques butyrométriques d'utilisation plus simple permettent d'obtenir rapidement la teneur en matière grasse dans différents produits laitiers. C'est la raison pour laquelle elles sont employées par de nombreux laboratoires industriels comme méthodes rapides pour un contrôle de routine.

Deux méthodes acido-butyrométriques utilisées dans de nombreux pays pour déterminer la teneur en matière grasse dans le lait (méthode Gerber) et dans les fromages (méthode Van Gulik) font l'objet de Normes internationales. L'appareillage est également normalisé (ISO et FIL).

Il existe par ailleurs d'autres méthodes butyrométriques et d'autres butyromètres qui ont été décrits ou mis en œuvre dans différents pays pour d'autres types de produits (crème, lait en poudre, etc.).

Tandis qu'il n'existe qu'une seule procédure comme méthode de référence pour un type de produit donné, cela n'est pas le cas pour les méthodes butyrométriques. Suivant le pays, différentes méthodes butyrométriques peuvent exister pour un seul et même type de produit; l'harmonisation de ces méthodes rencontre beaucoup de problèmes.

Le second problème concerne le domaine d'application de ces méthodes. En effet, l'évolution des technologies de fabrication et les variétés de produits laitiers sont telles qu'il n'est pas possible de définir une méthode qui soit applicable à toutes les variétés d'un même type de produit (lait, fromage, crème, etc.). Des essais ont confirmé ce propos et ont montré que les méthodes butyrométriques déjà normalisées ont des domaines d'application beaucoup trop généraux.

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/63b6fa78-f2f7-4042-952b-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/63b6fa78-f2f7-4042-952b-74078944658/iso-11870-2000)

Ainsi, ces directives générales ont été élaborées tout en conservant les normes existantes.

# Lait et produits laitiers — Détermination de la teneur en matière grasse — Directives générales pour l'utilisation des méthodes butyrométriques

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale fournit des informations générales sur

- les méthodes normalisées existantes (méthodes de référence et butyrométriques), pour déterminer la teneur en matière grasse dans les différents produits laitiers;
- les principes de toute analyse acido-butyrométrique et les principales conditions de mise en œuvre;
- un protocole de validation d'une méthode butyrométrique par rapport à la méthode de référence correspondante.

iTeh STANDARD PREVIEW

## 2 Références normatives (standards.iteh.ai)

Les documents normatifs suivants contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui y est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Pour les références datées, les amendements ultérieurs ou les révisions de ces publications ne s'appliquent pas. Toutefois, les parties prenantes aux accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des documents normatifs indiqués ci-après. Pour les références non datées, la dernière édition du document normatif en référence s'applique. Les membres de l'ISO et de la CEI possèdent le registre des Normes internationales en vigueur.

ISO 2446:1976, *Lait — Détermination de la teneur en matière grasse (Méthode de routine)*.

ISO 3433, *Fromages — Détermination de la teneur en matière grasse — Méthode Van Gulik*.

## 3 Principe

Le principe de toute méthode butyrométrique est toujours le même, quel que soit le produit à analyser, à savoir: digestion des protéines par de l'acide sulfurique; séparation de la matière grasse du produit par centrifugation du butyromètre, la séparation étant favorisée par l'addition d'une petite quantité d'alcool amylique; lecture directe, sur l'échelle du butyromètre, avec ou sans facteur de correction.

## 4 Méthodes pour la détermination de la teneur en matière grasse

Les méthodes pour la détermination de la teneur en matière grasse sont basées sur les méthodes butyrométriques et les méthodes gravimétriques de référence.

La méthode Gerber est spécifiée dans l'ISO 2446, et la méthode Van Gulik dans l'ISO 3433. Le Tableau A.1 fournit la liste des méthodes butyrométriques et des méthodes de référence existantes pour la plupart des produits laitiers.

## 5 Réactifs

Sauf indication différente, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau distillée ou déminéralisée, ou de l'eau de pureté au moins équivalente.

**5.1.1 Acide sulfurique**, pur, incolore ou à peine ambré, et ne contenant aucune impureté.

**5.1.2 Alcool amylique** (pentanol-1), exempt de pentanol secondaire, de méthyl-2-butanol-2, de 2-furfuraldéhyde, de pétrole et de dérivés du benzène.

## 6 Appareillage

Matériel courant de laboratoire et, en particulier, ce qui suit.

**6.1 Butyromètre et bouchon**, appropriés à la méthode utilisée.

**6.2 Distributeurs** pour l'acide et l'alcool, permettant de délivrer les volumes nécessaires avec précision et dans des conditions de répétabilité suffisantes.

**6.3 Centrifugeuse**, pouvant recevoir un butyromètre, munie d'un indicateur de vitesse donnant la fréquence de rotation avec une tolérance maximale de  $\pm 70$  r/min, et de préférence à chargement vertical plutôt que horizontal.

Il convient que la centrifugeuse soit capable de maintenir le contenu du butyromètre, après centrifugation, à une température comprise entre 30 °C et 50 °C.

NOTE L'emploi d'une centrifugeuse chauffante est possible sous réserve que les résultats obtenus concordent avec ceux obtenus par la méthode de référence.

Il convient que la centrifugeuse, lorsqu'elle est chargée, soit capable de produire en 2 min une accélération relative centrifuge de  $350 g \pm 50 g$  à l'extrémité extérieure du bouchon du butyromètre. Cette accélération est obtenue avec des centrifugeuses ayant le rayon effectif (distance horizontale entre l'axe de la centrifugeuse et l'extrémité extérieure du bouchon du butyromètre) tel que donné dans le Tableau 1 et fonctionnant à la vitesse indiquée.

Tableau 1 — Accélérations centrifuges

Rayon effectif mm	Tours par minute $\pm 70$ r/min
240	1 140
245	1 130
250	1 120
255	1 110
260	1 100
265	1 090
270	1 080
275	1 070
300	1 020
325	980

L'accélération relative centrifuge produit dans une centrifugeuse,  $A_c$ , est donnée par la formule suivante:

$$A_c = 1,12 \times 10^{-6} \times RN^2$$

où

$R$  est le rayon horizontal effectif, en millimètres;

$N$  est la vitesse de rotation, en tours par minute.

**6.4 Pipette ou balance analytique**, d'une précision telle que les conditions d'exactitude de distribution soient respectées pendant la préparation de l'échantillon pour essai.

**6.5 Bain d'eau thermostaté**, capable de maintenir la température désirée de manière homogène dans toute l'enceinte, et offrant une profondeur suffisante pour maintenir les butyromètres en position verticale, leur échelle graduée étant entièrement immergée.

## 7 Échantillonnage

L'échantillonnage ne fait pas partie des méthodes spécifiées dans la présente Norme internationale. Une méthode d'échantillonnage recommandée est donnée dans l'ISO 707.

Il est important que le laboratoire reçoive un échantillon réellement représentatif, non endommagé ou modifié lors du transport et de l'entreposage.

ITeH STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

## 8 Préparation de l'échantillon pour essai

Pour chaque produit à analyser, se reporter à la méthode de référence appropriée.

ISO 11870:2000  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/65001a78-1217-4042-952b-74078944f6b8/iso-11870-2000>

## 9 Mode opératoire

Prélever avec précision et rapidité une prise d'essai sur un échantillon homogène. Préparer la prise d'essai en dissolvant les protéines par agitation, tout en notant le type d'agitation (verticale ou latérale, fréquence et amplitude du mouvement, etc.).

Centrifuger à une force centrifuge spécifiée et pendant une durée spécifiée. Effectuer les lectures dès la sortie du bain d'eau et très rapidement car la matière grasse décroît en volume en se refroidissant et les résultats obtenus seront faux.

En cas de lecture manuelle, tenir le butyromètre verticalement, l'œil étant au niveau du point de lecture. Pendant la lecture, le bouchon doit être absolument immobile.

Si la matière grasse est trouble ou de couleur foncée, ou s'il y a présence d'un dépôt noir ou blanc à la base de la colonne, la valeur obtenue pour la lecture en matière grasse ne sera pas fiable.

Si la séparation des phases n'est pas nette, une seconde centrifugation entraînerait un résultat par excès. Dans ce cas, il est préférable de répéter l'analyse.

## 10 Entretien des butyromètres

Après lecture, il convient de retourner les butyromètres, bouchons en haut, sur un support. Après 30 min environ, la matière grasse, abandonnant l'ampoule et l'échelle, est remontée sous le bouchon. Les butyromètres étant encore chauds, les déboucher avec précaution en dirigeant l'ouverture vers le fond de l'évier.

Il convient que les butyromètres vidés et encore chauds soient lavés sans goupillon, par agitation violente avec un détergent approprié, et qu'ils soient plongés dans une eau additionnée d'un détergent, puis remplis et vidés à plusieurs reprises en agitant violemment et en vouant une attention particulière au petit réservoir.

Par la suite il convient de rincer les butyromètres à l'eau chaude, à trois reprises (remplissages et vidanges successifs accompagnés d'agitation violente).

Enfin, il convient que les butyromètres soient secoués très vigoureusement et mis à égoutter, ouverture en bas. Ils peuvent être remis en service aussitôt alors qu'ils sont encore humides. Mais il est important de secouer à nouveau les butyromètres immédiatement avant leur utilisation afin d'éliminer le maximum de gouttelettes d'eau se trouvant encore dans la colonne du butyromètre.

## 11 Principe de validation d'une méthode butyrométrique par rapport à la méthode de référence correspondante

Quels que soient la méthode butyrométrique utilisée et le produit analysé, cette méthode n'est qu'une méthode conventionnelle. Le résultat obtenu doit être comparable à celui donné par la méthode de référence. Chaque laboratoire est donc tenu de valider ses méthodes butyrométriques par rapport à la méthode de référence correspondante.

L'ajustement des résultats de la méthode acido-butyrométrique à ceux de la méthode de référence se fait en jouant sur un certain nombre de paramètres, plus particulièrement les suivants:

- la concentration de l'acide;
- la température du bain d'eau;
- les caractéristiques physiques du butyromètre, telles que le volume du réservoir, la longueur et/ou la largeur du tube gradué, la forme du tube gradué et l'échelle de graduation du tube.

Le critère utilisé pour l'optimisation est la différence absolue entre le résultat obtenu avec la méthode de routine (modifiée) et celui de la méthode de référence. Il convient de minimiser cette différence.

Quand l'ensemble des conditions de la méthode de routine donnant des résultats équivalents à la méthode de référence a été défini, il convient de confirmer cette équivalence en comparant des déterminations en double réalisées par les deux méthodes sur plusieurs échantillons. Les résultats de chaque groupe d'échantillons peuvent être comparés en utilisant le test  $t$  classique (test de Student).

**AVERTISSEMENT** — Ce test repose sur l'hypothèse que les variances des deux méthodes sont égales. En cas de doute, il convient de vérifier.

Étant donné que les conditions optimales peuvent être valables uniquement sur une échelle de concentrations en analyte limitée, il convient de vérifier la totalité de l'échelle sur laquelle la méthode de routine sera utilisée. Cela peut être réalisé en analysant avec les deux méthodes (de routine et de référence) et en double, des échantillons répartis sur toute l'échelle de concentration en utilisant le test  $t$ . Si nécessaire, les résultats de la vérification de l'échelle peuvent être utilisés pour établir un tableau de correction (voir aussi l'ISO 8196).

Il faut souligner que dans les laboratoires contrôlant toujours le même type de produit fabriqué suivant la même technologie, l'ajustement des résultats obtenus par la méthode butyrométrique sur les résultats donnés par la méthode de référence doit être le plus parfait possible. La différence absolue doit tendre vers zéro.

Un laboratoire appelé à déterminer la teneur en matière grasse de produits de même type mais d'origine différente aura beaucoup de mal à ajuster sa méthode butyrométrique pour obtenir dans tous les cas une valeur identique à la méthode de référence.

Même pour les méthodes butyrométriques normalisées, il est conseillé de procéder régulièrement à cette vérification sachant que ces méthodes ont, en plus de toutes les causes de variation déjà énumérées, leurs propres limites (voir l'annexe A).



## Annexe A (normative)

### Limites des méthodes butyrométriques

#### A.1 Méthode Gerber (voir ISO 2446)

Cette méthode est applicable au lait liquide cru ou pasteurisé, entier ou partiellement écrémé et prévoit des modifications s'appliquant

- aux laits contenant des conservateurs;
- aux laits homogénéisés;
- aux laits écrémés.

Or, il s'avère que

- le volume de la prise d'essai à être utilisée n'a jamais fait l'objet d'un accord sur le plan international et n'est donc pas harmonisé (quel que soit le volume d'échantillon utilisé, le résultat de l'analyse devra être en accord avec la méthode de référence; voir aussi l'ISO 2446:1976, 6.1.2);
- les modes opératoires modifiés pour les laits homogénéisés et les laits écrémés ne sont pas satisfaisants; ainsi, plusieurs pays ont mis au point leur propre protocole;
- la présence d'additifs, tels que le sucre, les arômes, le chocolat, etc., interfère avec les résultats obtenus.

#### A.2 Méthode Van Gulik (voir ISO 3433)

Cette méthode est applicable à tous les types de fromage. Il a été néanmoins signalé qu'elle peut ne pas donner entière satisfaction pour les fromages suivants.

- Fromages à pâte persillée: on observe une interférence due à la présence de dépôts plus ou moins importants à la base de la colonne de matière grasse;
- Fromages très affinés: la lipolyse modifie la composition des triglycérides, ce qui fausse la teneur en matière grasse obtenue;
- Fromages fabriqués à partir de laits homogénéisés: on obtient toujours des résultats par défaut;
- Fromages à faible ou haute teneur en matière grasse: les résultats ne sont pas toujours en conformité avec ceux obtenus par la méthode de référence SBR;
- Fromages contenant des additifs: ceux-ci peuvent interférer lors de l'attaque et s'agglutiner au bas de la colonne, ce qui entraîne des résultats par excès ou par défaut par rapport à la méthode de référence Weibull-Berntrop;
- Fromages fabriqués avec des laits d'espèces autres que celui de vache: la composition en matière grasse butyrique est différente; par conséquent, toute détermination par la méthode butyrométrique donne des résultats plus ou moins erronés.