

---

---

**Fromage de sérum — Détermination de la  
teneur en matière grasse — Méthode  
gravimétrique (Méthode de référence)**

*Whey cheese — Determination of fat content — Gravimetric method  
(Reference method)*

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

[ISO 1854:1999](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0631baf6-7d88-4564-8cf9-e37add03482a/iso-1854-1999)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0631baf6-7d88-4564-8cf9-  
e37add03482a/iso-1854-1999](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0631baf6-7d88-4564-8cf9-e37add03482a/iso-1854-1999)



## Sommaire

|      |   |    |
|------|---|----|
| 1    | Domaine d'application .....   | 1  |
| 2    | Référence normative .....   | 1  |
| 3    | Terme et définition.....  | 1  |
| 4    | Principe.....   | 2  |
| 5    | Réactifs .....  | 2  |
| 6    | Appareillage .....  | 2  |
| 7    | Échantillonnage .....   | 3  |
| 8    | Préparation de l'échantillon pour essai.....  | 4  |
| 9    | Mode opératoire .....   | 4  |
| 9.1  | Prise d'essai .....   | 4  |
| 9.2  | Essais à blanc .....  | 4  |
| 9.3  | Préparation du récipient pour la récupération de la matière grasse.....   | 5  |
| 9.4  | Détermination.....  | 5  |
| 10   | Calcul et expression des résultats.....   | 7  |
| 10.1 | Calcul .....  | 7  |
| 10.2 | Expression des résultats .....  | 8  |
| 11   | Fidélité .....  | 8  |
| 11.1 | Essai interlaboratoires .....   | 8  |
| 11.2 | Répétabilité.....   | 8  |
| 11.3 | Reproductibilité.....   | 8  |
| 12   | Rapport d'essai .....   | 8  |
|      | Annexe A (informative) Notes sur les modes opératoires .....  | 9  |
|      | Annexe B (informative) Autre mode opératoire utilisant des tubes d'extraction de la matière grasse munis d'un siphon ou d'un dispositif de lavage ..... | 11 |
|      | Bibliographie.....  | 14 |

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 1854:1999

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0631baf6-7d88-4564-8cf9-e37add05482a/iso-1854-1999>

© ISO 1999

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'éditeur.

Organisation internationale de normalisation  
Case postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse  
Internet iso@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.

La Norme internationale ISO 1854 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.

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 1854:1987), dont elle constitue une révision technique.

Les annexes A et B de la présente Norme internationale sont données uniquement à titre d'information.

[ISO 1854:1999](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0631baf6-7d88-4564-8cf9-e37add03482a/iso-1854-1999)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0631baf6-7d88-4564-8cf9-e37add03482a/iso-1854-1999>

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

[ISO 1854:1999](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0631baf6-7d88-4564-8cf9-e37add03482a/iso-1854-1999>

# Fromage de sérum — Détermination de la teneur en matière grasse — Méthode gravimétrique (Méthode de référence)

**AVERTISSEMENT** L'utilisation de la présente Norme internationale implique l'emploi de produits, d'opérations et d'équipements à caractère dangereux. La présente Norme internationale ne prétend pas aborder tous les problèmes de sécurité relatifs à son usage. Il est de la responsabilité de l'utilisateur de consulter ou de fixer les règles de sécurité et d'hygiène appropriées et de déterminer si certaines restrictions réglementaires s'appliquent avant utilisation.

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie la méthode de référence pour la détermination de la teneur en matière grasse du fromage de sérum.

**NOTE** Si le fromage de sérum ne se dissout pas complètement dans l'ammoniaque ou s'il contient des acides gras libres en quantités notables (ce qui se produit seulement dans des cas exceptionnels et est identifiable par une odeur caractéristique), le résultat de la détermination sera trop faible. Avec de tels produits, il convient d'avoir recours à une méthode utilisant le principe de Weibull-Berntrop (voir l'ISO 8262-3).

(standards.iteh.ai)

## 2 Référence normative

ISO 1854:1999

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0631baf6-7d88-4564-8cf9-637add05402a/iso-1854-1999>

Le document normatif suivant contient 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 l'édition la plus récente du document normatif indiqué 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 3889, *Lait et produits laitiers — Détermination de la teneur en matière grasse — Fioles d'extraction, type Mojonnier*.

## 3 Terme et définition

Pour les besoins de la présente Norme internationale, le terme et la définition suivants s'appliquent.

### 3.1

#### **teneur en matière grasse du fromage de sérum**

fraction massique de substances, déterminée selon le mode opératoire spécifié dans la présente Norme internationale

**NOTE** La teneur en matière grasse est exprimée comme fraction massique, en pourcentage [dans le passé également exprimée en % (m/m)].

## 4 Principe

Une solution ammoniac-éthanolique d'une prise d'essai est extraite au moyen d'oxyde diéthylique et d'éther de pétrole. Les solvants sont éliminés par distillation ou évaporation, puis la masse des substances extraites est déterminée.

NOTE Cette méthode est habituellement dite Röse-Gottlieb.

## 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.

Les réactifs ne doivent pas laisser de résidu appréciable lorsque la détermination est effectuée selon la méthode spécifiée (voir 9.2.2).

**5.1 Hydroxyde d'ammonium**, solution contenant une fraction massique de  $\text{NH}_3$  d'environ 25 % ( $\rho_{20} = 910 \text{ g/l}$ ).

NOTE Si l'on ne dispose pas d'une solution d'hydroxyde d'ammonium à cette concentration, une solution plus concentrée, de concentration connue, peut être utilisée (voir 9.4.3).

**5.2 Éthanol** ( $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ ), ou éthanol dénaturé par du méthanol, contenant une fraction volumique d'éthanol d'au moins 94 % (voir A.5).

**5.3 Solution de rouge-Congo**

Dans une fiole jaugée de 100 ml (6.14), dissoudre dans de l'eau 1 g de rouge-Congo. Ajuster au trait avec de l'eau.

NOTE L'utilisation de cette solution, qui permet de mieux voir l'interface entre le solvant et la couche aqueuse, est facultative (voir 9.4.4). D'autres solutions aqueuses de colorants peuvent être utilisées pourvu qu'elles ne modifient pas le résultat de la détermination.

**5.4 Oxyde diéthylique** ( $\text{C}_2\text{H}_5\text{OC}_2\text{H}_5$ ), exempt de peroxydes (voir A.3) et ne contenant pas plus de 2 mg/kg d'antioxydants, et conforme aux spécifications de l'essai à blanc (voir 9.2.2, A.1 et A.4).

NOTE L'utilisation d'oxyde diéthylique comporte des risques. Dans l'attente de nouvelles réglementations en matière de sécurité, des études sont en cours en vue de remplacer l'oxyde diéthylique par un autre réactif, à condition que celui-ci ne modifie pas le résultat final de la détermination.

**5.5 Éther de pétrole**, ayant un point d'ébullition compris entre 30 °C et 60 °C, ou, en alternative, **pentane** ( $\text{CH}_3[\text{CH}_2]_3\text{CH}_3$ ) ayant un point d'ébullition de 36 °C et conforme aux spécifications de l'essai à blanc (voir 9.2.2, A.1 et A.4).

NOTE Il est recommandé d'utiliser le pentane car il est d'une pureté plus élevée et de qualité constante.

**5.6 Mélange de solvants**

Peu de temps avant l'emploi, mélanger des volumes égaux d'oxyde diéthylique (5.4) et d'éther de pétrole (5.5).

## 6 Appareillage

**AVERTISSEMENT** La détermination impliquant l'utilisation de solvants volatils inflammables, l'appareillage électrique utilisé doit être conforme à la législation concernant les risques d'utilisation de ces solvants.

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

**6.1 Balance analytique**, capable de peser à 1 mg près et avec une lisibilité de 0,1 mg.

**6.2 Centrifugeuse**, dans laquelle les fioles ou les tubes d'extraction (6.6) peuvent être soumis à une rotation avec une fréquence de 500 r/min à 600 r/min, afin de produire une accélération radiale 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 9.4.7).

**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 9.4.14) à une température n'excédant pas 100 °C.

**6.4 Étuve à dessiccation**, à chauffage électrique, munie d'ouïes de ventilation complètement ouvertes et réglable à une température de 102 °C ± 2 °C dans l'espace utilisé.

L'étuve doit être munie d'un thermomètre approprié.

**6.5 Bain d'eau**, permettant de faire bouillir de l'eau.

**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 d'un siphon ou d'un dispositif de lavage, mais le mode opératoire est alors différent et est décrit à l'annexe B.

Les fioles doivent être munies de bouchons en liège de bonne qualité, ou en une autre matière [par exemple, caoutchouc siliconé ou polytétrafluoroéthylène (PTFE)] 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 (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. [ISO 1854:1999  
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0631baf6-7d88-4564-8cf9-37e1493482a6/iso-1854-1999](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0631baf6-7d88-4564-8cf9-37e1493482a6/iso-1854-1999)

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

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

**6.10 Régularisateurs d'ébullition**, exempts de matière grasse, en porcelaine non poreuse ou en carbure de silicium (facultatif si l'on utilise des capsules métalliques).

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

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

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

**6.14 Dispositif de broyage approprié.**

**6.15 Fioles volumétriques**, à un trait, de 100 ml de capacité.

## 7 Échantillonnage

L'échantillonnage ne fait pas partie de la méthode spécifiée 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.

## 8 Préparation de l'échantillon pour essai

Préparer l'échantillon en utilisant un dispositif approprié (6.14). Mélanger rapidement la masse broyée ou râpée, et, si possible, broyer une deuxième fois. Mélanger à nouveau soigneusement. Nettoyer le dispositif après avoir préparé chaque échantillon.

Si l'échantillon ne peut être broyé ou râpé, le mélanger soigneusement par un pétrissage intensif, par exemple avec un pilon dans un mortier. Il convient d'éviter, dans la mesure du possible, les pertes d'humidité pendant le processus de broyage ou de râpage de l'échantillon.

Conservé l'échantillon préparé dans un récipient étanche jusqu'au moment de l'analyse, qu'il convient de réaliser le jour même. Si ce délai ne peut être respecté, prendre toutes les précautions pour assurer une conservation correcte de l'échantillon. S'il est réfrigéré, s'assurer que toute condensation d'eau sur la surface interne du récipient est soigneusement et uniformément réincorporée dans l'échantillon pour essai.

## 9 Mode opératoire

NOTE 1 S'il est demandé de vérifier que l'on satisfait aux exigences données en ce qui concerne la limite de répétabilité (11.2), effectuer deux déterminations séparées conformément à 9.1 à 9.4.

NOTE 2 Un autre mode opératoire utilisant des tubes d'extraction de la matière grasse munis de siphon ou de dispositif de lavage (voir la note en 6.6) est décrit dans l'annexe B.

### 9.1 Prise d'essai

Mélanger l'échantillon pour essai (article 8) en agitant ou en retournant et en faisant tourner doucement le récipient plusieurs fois. Peser immédiatement, à 1 mg près, directement ou par différence, dans une fiole d'extraction (6.6), environ 3 g de l'échantillon préparé.

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

### 9.2 Essais à blanc

#### 9.2.1 Essai à blanc pour la méthode

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 indiquée en 9.4.1 par 10 ml d'eau (voir A.2).

Si la valeur obtenue pour l'essai à blanc dépasse régulièrement 1,0 mg, vérifier les réactifs si cela n'a pas été fait récemment (9.2.2).

Les corrections faites pour des valeurs supérieures à 2,5 mg doivent figurer dans le rapport d'essai.

#### 9.2.2 Essai à blanc pour les réactifs

Pour vérifier la qualité des réactifs, effectuer un essai à blanc comme mentionné en 9.2.1. En outre, pour les contrôles de masses, utiliser un récipient de récupération de la matière grasse vide, préparé comme spécifié en 9.3. Les réactifs ne doivent pas laisser de résidus supérieurs à 1,0 mg (voir A.1).

Si les résidus des réactifs de l'essai à blanc complet sont supérieurs à 1,0 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 1,0 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 de 1 g de matière grasse du beurre anhydre pour 100 ml de solvant. Utiliser les solvants juste après redistillation.

Remplacer les réactifs ou solvants non satisfaisants, ou redistiller les solvants.

### 9.3 Préparation du récipient pour la récupération de la matière grasse

Sécher, pendant 1 h, un récipient (6.9) avec quelques régularisateurs d'ébullition (6.10) à l'étuve (6.4) réglée à 102 °C.

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

Protéger le récipient des poussières et le laisser refroidir à la température de la salle des balances (récipients en verre pendant au moins 1 h, capsules métalliques pendant au moins 30 min).

NOTE 2 Pour éviter un refroidissement insuffisant ou des périodes de refroidissement exagérément prolongées, il convient que le récipient ne soit pas placé dans un dessiccateur.

À l'aide de pinces, placer le récipient sur la balance. Peser, à 1,0 mg près, le récipient pour la récupération de la matière grasse.

NOTE 3 Il convient d'utiliser de préférence des pinces pour éviter, en particulier, des variations de température.

### 9.4 Détermination

ITeH STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

#### 9.4.1 Effectuer la détermination sans attendre. ISO 1854:1999

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0631baf6-7d88-4564-8cf9->

Ajouter à la prise d'essai (9.1), de l'eau préalablement chauffée à  $65 \pm 5$  °C, de façon à obtenir un volume total de 10 ml à 11 ml et à entraîner la totalité de la prise d'essai dans le bulbe étroit de la fiole. Mélanger vigoureusement avec la prise d'essai dans le bulbe étroit.

9.4.2 Chauffer le contenu de la fiole d'extraction dans le bain d'eau à ébullition (6.5). Agiter doucement de temps en temps jusqu'à ce que la prise d'essai soit complètement dispersée. Laisser la fiole pendant 20 min dans le bain d'eau à ébullition. Placer ensuite la fiole sous l'eau courante pour la refroidir à la température ambiante.

9.4.3 Ajouter au contenu de la fiole 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). Mélanger vigoureusement avec la prise d'essai dans le bulbe étroit de la fiole.

9.4.4 Ajouter 10 ml d'éthanol (5.2). Mélanger doucement, mais à fond, 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 nécessaire, 2 gouttes de solution de rouge-Congo (5.3). Si nécessaire, refroidir de nouveau la fiole à la température ambiante.

9.4.5 Ajouter 25 ml d'oxyde diéthylique (5.4). Boucher la fiole avec un bouchon en liège saturé d'eau, ou avec un bouchon d'une autre matière (voir 6.6), mouillé avec de l'eau. Agiter la fiole vigoureusement mais sans excès pendant 1 min, afin d'éviter la formation d'émulsions persistantes.

Lors de l'agitation, maintenir la fiole 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 jusqu'à température ambiante. 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). Utiliser un flacon de lavage (6.8), de façon que les liquides de rinçage coulent dans la fiole.

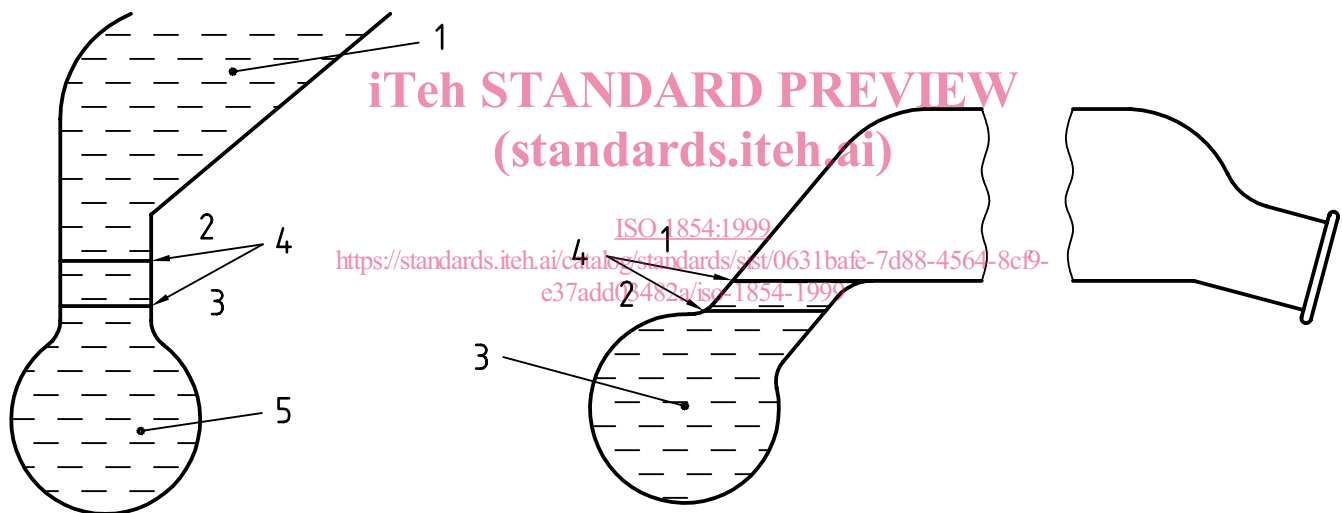
**9.4.6** Ajouter 25 ml d'éther de pétrole (5.5). Boucher la fiole avec le bouchon en liège réhumidifié, ou l'autre bouchon réhumidifié (en le trempant dans l'eau), et agiter à nouveau doucement la fiole pendant 30 s comme décrit en 9.4.4. Poursuivre en agitant comme décrit en 9.4.5.

**9.4.7** Centrifuger la fiole bouchée pendant 1 min à 5 min avec une accélération radiale de 80 g à 90 g. 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 jusqu'à température ambiante.

**9.4.8** 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 (5.6). Utiliser un flacon de lavage (6.8) 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, la faire monter à ce niveau en ajoutant doucement de l'eau par le côté de la fiole (voir Figure 1), afin de permettre la décantation du solvant.

**NOTE** Dans les Figures 1 et 2, il a été choisi l'un parmi les trois types de flacons spécifiés dans l'ISO 3889, mais cela n'implique pas une préférence par rapport aux autres types.

**9.4.9** Tenir 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 9.3), contenant quelques régularisateurs d'ébullition (6.10) dans le cas des fioles (facultatif avec les capsules métalliques). Éviter de décanter une partie quelconque de la couche aqueuse (voir Figure 2).



**Légende**

- 1 Solvants
- 2 À la seconde et troisième extraction
- 3 À la première extraction
- 4 Interface
- 5 Couche aqueuse

**Figure 1 — Avant décantation**

**Légende**

- 1 À la seconde et troisième extraction
- 2 À la première extraction
- 3 Couche aqueuse
- 4 Interface

**Figure 2 — Après décantation**

**9.4.10** Rincer l'extérieur du col de la fiole d'extraction avec un peu de mélange de solvants (5.6). Recueillir les liquides de rinçage dans le récipient pour la récupération de la matière grasse. Prendre soin que le mélange de solvants ne soit pas projeté sur l'extérieur de la fiole d'extraction. Si nécessaire, éliminer le solvant totalement ou partiellement du récipient par distillation ou évaporation comme décrit en 9.4.14.

**9.4.11** Ajouter 5 ml d'éthanol (5.2) au contenu de la fiole d'extraction. Utiliser de l'éthanol pour rincer l'intérieur du col de la fiole et mélanger comme décrit en 9.4.4.

**9.4.12** Effectuer une seconde extraction en recommençant les opérations décrites de 9.4.4 à 9.4.9 inclus, mais en utilisant au lieu de 25 ml, seulement 15 ml d'oxyde diéthylique (5.4) et 15 ml d'éther de pétrole (5.5). Utiliser également 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 en ajoutant doucement de l'eau par le col de la fiole (voir Figure 1) pour permettre à la décantation finale des solvants d'être aussi complète que possible (voir Figure 2).

**9.4.13** Effectuer une troisième extraction, sans addition d'éthanol, en répétant de nouveau les opérations décrites de 9.4.5 à 9.4.9 inclus, mais en utilisant de nouveau 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 en ajoutant doucement de l'eau par le 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 nécessaire pour les produits ayant une teneur en matière grasse inférieure ou égale à 3 % en masse.

**9.4.14** Éliminer les solvants (éthanol compris) aussi complètement que possible par distillation si l'on utilise une fiole, ou par évaporation si l'on utilise un bécher ou une capsule (voir 6.3). Rincer l'intérieur du col de la fiole avec un peu de mélange de solvants (5.6) avant de commencer la distillation.

**9.4.15** Chauffer pendant 1 h, dans l'étuve à dessiccation (6.4) réglée à 102 °C, le récipient pour la récupération de la matière grasse, la fiole étant placée en position inclinée afin de permettre aux vapeurs de solvants de s'échapper. Enlever le récipient pour la récupération de la matière grasse de l'étuve et vérifier immédiatement si la matière grasse est claire ou non. Si la matière grasse n'est pas claire on peut supposer qu'il y a présence d'une matière grasse étrangère et l'ensemble de la détermination doit être refait. Si la matière grasse est claire, protéger le récipient collecteur de la poussière et le laisser refroidir (pas dans un dessiccateur) à la température de la salle des balances (récipient en verre pendant au moins 1 h, capsule métallique pendant au moins 30 min).

Ne pas essuyer le récipient juste avant la pesée. Placer le récipient sur la balance au moyen d'une paire de pinces. Peser le récipient pour la récupération de la matière grasse à 1,0 mg près.

**9.4.16** Chauffer pendant 30 min supplémentaires, dans l'étuve à dessiccation (6.4) réglée à 102 °C, le récipient pour la récupération de la matière grasse, la fiole étant placée en position inclinée afin de permettre aux vapeurs de solvants de s'échapper. Répéter les opérations de pesée décrites en 9.4.15, jusqu'à ce que la masse du récipient d'extraction de la matière grasse diminue de 1,0 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.

## 10 Calcul et expression des résultats

### 10.1 Calcul

Calculer la teneur en matière grasse de l'échantillon à l'aide de l'équation suivante:

$$w_f = \frac{(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)}{m_0} \times 100 \%$$

où

$w_f$  est la fraction massique, en pourcentage, de la matière grasse dans l'échantillon;

$m_0$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai (9.1);

$m_1$  est la masse, en grammes, du récipient pour la récupération de la matière grasse et de la matière extraite déterminée en 9.4.16;

$m_2$  est la masse, en grammes, du récipient pour la récupération de la matière grasse (9.3);