

NORME
INTERNATIONALE

ISO
17189

FIL
194

Première édition
2003-09-15

**Beurre, émulsions d'huile alimentaire et
matières grasses tartinables —
Détermination de la teneur en matière
grasse (Méthode de référence)**

*Butter, edible oil emulsions and spreadable fats — Determination of fat
content (Reference method)*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 17189:2003](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/74088503-c27c-4e38-8498-e5f6aec650cf/iso-17189-2003)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/74088503-c27c-4e38-8498-
e5f6aec650cf/iso-17189-2003](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/74088503-c27c-4e38-8498-e5f6aec650cf/iso-17189-2003)



Numéros de référence
ISO 17189:2003(F)
FIL 194:2003(F)

© ISO et FIL 2003

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 et la FIL déclinent 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 et les comités nationaux de la FIL. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central de l'ISO à l'adresse donnée ci-dessous.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 17189:2003](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/74088503-c27c-4e38-8498-e5f6aec650cf/iso-17189-2003)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/74088503-c27c-4e38-8498-e5f6aec650cf/iso-17189-2003>

© ISO et FIL 2003

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 soit de l'ISO soit de la FIL à l'adresse respective ci-après.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Fédération Internationale de Laiterie
Diamant Building • Boulevard Auguste Reyers 80 • B-1030 Bruxelles
Tel. + 32 2 733 98 88
Fax + 32 2 733 04 13
E-mail info@fil-idf.org
Web www.fil-idf.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
1 Domaine d'application	1
2 Termes et définitions	1
3 Principe	1
4 Réactifs	2
5 Appareillage	2
6 Échantillonnage	3
7 Préparation de l'échantillon pour essai	3
8 Mode opératoire	4
8.1 Essais à blanc	4
8.1.1 Essai à blanc pour la méthode	4
8.1.2 Essai à blanc pour le solvant d'extraction	4
8.2 Préparation du récipient de récupération de la matière grasse	4
8.3 Préparation de la prise d'essai	4
8.3.1 Beurre et émulsions d'huile alimentaire	4
8.3.2 Matières grasses tartinables	4
8.4 Détermination	4
9 Calcul et expression des résultats	7
9.1 Calcul	7
9.2 Expression des résultats	7
10 Fidélité	7
10.1 Essais interlaboratoires	7
10.2 Répétabilité	7
10.3 Reproductibilité	7
11 Rapport d'essai	8
Annexe A (normative) Essai à blanc de vérification du solvant d'extraction	9
Annexe B (informative) Résultats des essais interlaboratoires	10
Bibliographie	12

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 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. 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 du présent document 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.

L'ISO 17189|FIL 194 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits alimentaires*, sous-comité SC 5, *Lait et produits laitiers*, et la Fédération internationale de laiterie (FIL), en collaboration avec l'AOAC International. Elle est publiée conjointement par l'ISO et la FIL, et séparément par l'AOAC International.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 17189:2003
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/74088503-c27c-4e38-8498-e5f6aec650cf/iso-17189-2003>

Avant-propos

La **FIL (Fédération internationale de laiterie)** est une fédération mondiale du secteur laitier avec un Comité National dans chacun de ses pays membres. Chaque Comité National a le droit de faire partie des Comités permanents de la FIL auxquels sont confiés les travaux techniques. La FIL collabore avec l'ISO et avec l'AOAC International pour l'élaboration de méthodes normalisées d'analyse et d'échantillonnage pour le lait et les produits laitiers.

Les projets de Normes internationales adoptés par les Équipes d'Action et les Comités permanents sont soumis aux Comités Nationaux pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 50 % au moins des Comités Nationaux votants.

L'ISO 17189|FIL 194 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits alimentaires*, sous-comité SC 5, *Lait et produits laitiers*, et la Fédération internationale de laiterie (FIL), en collaboration avec l'AOAC International. Elle est publiée conjointement par l'ISO et la FIL, et séparément par l'AOAC International.

L'ensemble des travaux a été confié à l'Équipe d'Action mixte ISO/FIL/AOAC, *Matières grasses*, du Comité permanent chargé des *Principaux composants du lait*, sous la conduite de son chef de projet, M. J.M. Evers (NZ).

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 17189:2003](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/74088503-c27c-4e38-8498-e5f6aec650cf/iso-17189-2003)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/74088503-c27c-4e38-8498-e5f6aec650cf/iso-17189-2003>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 17189:2003

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/74088503-c27c-4e38-8498-e5f6aec650cf/iso-17189-2003>

Beurre, émulsions d'huile alimentaire et matières grasses tartinables — Détermination de la teneur en matière grasse (Méthode de référence)

AVERTISSEMENT — L'utilisation de la présente Norme internationale peut impliquer le recours à des produits, opérations ou appareils à caractère dangereux. Elle ne prétend pas aborder tous les problèmes de sécurité liés à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur de la présente Norme internationale d'établir, avant de l'utiliser, les procédures d'hygiène et de sécurité appropriées et de déterminer si certaines restrictions réglementaires s'appliquent.

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode pour la détermination de la teneur en matière grasse du beurre, d'émulsions d'huile alimentaire (2.2) et de matières grasses tartinables (margarine, matière grasse tartinable végétale, matière grasse tartinable laitière et matière grasse tartinable végétale et animale).

iTeh STANDARD PREVIEW

2 Termes et définitions (standards.iteh.ai)

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

[ISO 17189:2003](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/74088503-c27c-4e38-8498-e5f6aec650cf/iso-17189-2003)

2.1 <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/74088503-c27c-4e38-8498-e5f6aec650cf/iso-17189-2003>
teneur en matière grasse

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

NOTE La teneur en matière grasse est exprimée comme une fraction massique, en pourcentage.

2.2

émulsion d'huile alimentaire

produit à teneur en matière grasse élevée (> 75 % de matière grasse) constitué des mêmes éléments que le beurre mais dont la composition ne correspond pas à la définition Codex du beurre

NOTE Les beurres allégés en matières grasses (par exemple 3/4 matière grasse, 1/2 matière grasse) sont considérés comme appartenant à la classe des matières grasses tartinables.

3 Principe

La matière grasse est extraite de la prise d'essai à l'aide d'un solvant approprié. La phase solvant/matière grasse est séparée de la phase aqueuse et transférée quantitativement dans un récipient de récupération de la matière grasse. Le solvant est éliminé par distillation ou évaporation et la masse des substances extraites est déterminée.

4 Réactifs

Sauf spécification contraire, utiliser exclusivement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau distillée, de l'eau déminéralisée ou de l'eau de pureté équivalente.

Lorsque la détermination est effectuée selon la méthode spécifiée, les réactifs ne doivent pas laisser de résidu appréciable après l'évaporation (voir 8.1.2).

4.1 Solvant d'extraction: éther de pétrole ayant un point d'ébullition compris entre 30 °C et 60 °C ou, comme équivalent, de l'*n*-hexane [CH₃(CH₂)₄CH₃] ayant un point d'ébullition de 69 °C; ces deux solvants satisfont aux exigences relatives au solvant d'extraction utilisé pour l'essai à blanc (voir 8.1.2).

4.2 Éthanol (C₂H₅OH), de concentration d'au moins 94 % (fraction volumique).

4.3 Solution de rouge Congo.

Dans une fiole jaugée à un trait de 100 ml, dissoudre 1 g de Congo rouge dans environ 50 ml d'eau. Compléter avec de l'eau jusqu'au trait.

AVERTISSEMENT — Prendre toutes les précautions de sécurité utiles lors de la manipulation du Congo rouge solide car ce produit chimique peut être cancérigène.

NOTE L'utilisation de cette solution, qui sert à faciliter le travail de l'analyste en permettant de mieux observer l'interface entre la phase organique et la phase aqueuse, est facultative (voir 8.4.1). D'autres indicateurs aqueux colorés peuvent être utilisés à condition qu'ils n'agissent pas sur la détermination de la teneur en matière grasse.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

5 Appareillage

AVERTISSEMENT — Du fait que la détermination implique l'utilisation de solvants volatils inflammables, l'appareillage électrique utilisé doit être conforme à la législation en ce qui concerne les risques liés à l'utilisation de tels solvants.

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

5.1 Balance analytique, avec une précision de lecture de 0,1 mg.

5.2 Étuve à dessiccation, électrique, ventilée, contrôlée par thermostat et pouvant maintenir une température uniforme de 102 °C ± 2 °C en tous points du volume utile de l'enceinte. L'étuve doit être dotée d'un thermomètre approprié.

5.3 Dessiccateur, contenant un agent déshydratant approprié, comme du gel de silice fraîchement séché, avec indicateur hygrométrique.

Si la méthode est uniquement utilisée pour des essais de routine pour lesquels une grande exactitude et une grande fidélité ne sont pas indispensables, il est possible de refroidir le récipient de récupération de la matière grasse à la température de la salle des balances sur la paillasse à l'abri de la poussière.

5.4 Récipients de récupération de la matière grasse, tels que des fioles en verre résistant à l'ébullition à col rodé, d'une capacité de 125 ml, ou des capsules en métal.

Concernant les capsules en métal, il est recommandé d'utiliser des récipients dotés de parois relativement hautes (par exemple 6 cm) afin de limiter le risque de perte de matière grasse du fait d'éclaboussures de solvant lors du transvasement du tube de centrifugation dans le récipient de récupération de la matière grasse ou d'une ébullition importante lors de son évaporation.

5.5 Régulateurs d'ébullition, exempts de matière grasse, en porcelaine non poreuse ou en carbure de silicium (facultatifs en cas d'utilisation de capsules en métal).

5.6 Pincés métalliques ou **gants en coton**, pour pouvoir tenir les récipients de récupération de la matière grasse (5.4).

5.7 Tubes de centrifugation étanches, d'une capacité de 50 ml, munis de capsules filetées et faits en matière plastique résistant au solvant (4.1) pendant au moins la durée de l'essai.

NOTE Il est préférable d'utiliser des tubes de diamètre important (par exemple 25 mm à 35 mm) pour faciliter l'ajout de la prise d'essai.

5.8 Agitateur-mélangeur à vortex.

5.9 Centrifugeuse, pouvant contenir les tubes de centrifugation étanches (5.7) et produire une accélération radiale comprise entre 50 *g* et 100 *g* à l'extrémité extérieure de ceux-ci.

NOTE L'utilisation d'une centrifugeuse est facultative mais recommandée (voir 8.4.3).

5.10 Pipetteur automatique ou autre appareil approprié au transvasement de liquide (par exemple de capacité 5 ml) pour le transvasement quantitatif de la phase solvant/matière grasse.

5.11 Appareil de distillation ou d'évaporation (par exemple un bain de vapeur d'eau), pour la distillation ou l'évaporation des solvants des récipients de récupération de la matière grasse (voir 8.4.8).

5.12 Distributeurs de solvant ou **éprouvettes graduées**, de capacités 10 ml et 20 ml.

6 Échantillonnage

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

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 recommandé que l'échantillon pour essai soit transporté dans un récipient étanche à l'air dont la contenance doit être telle que l'échantillon remplisse entre la moitié et les deux tiers de sa capacité totale. Conserver les échantillons dans le récipient fermé à une température comprise entre 5 °C et 14 °C jusqu'à la préparation de l'échantillon pour essai.

7 Préparation de l'échantillon pour essai

7.1 Chauffer l'échantillon pour essai dans son récipient d'origine non ouvert à une température à laquelle il sera suffisamment mou pour être remué (soit à l'aide d'un agitateur ou à la main) jusqu'à obtenir une masse homogène sans rupture de l'émulsion. La température ne doit généralement pas dépasser 35 °C pour des échantillons de beurre et d'émulsions d'huile alimentaire, ou 30 °C dans le cas d'échantillons de matières grasses tartinables.

7.2 Selon le cas, refroidir l'échantillon pour essai, tout en le remuant, jusqu'à température ambiante. Après refroidissement, ouvrir le récipient contenant l'échantillon dès que possible et, avant de le peser, remuer l'échantillon pour essai à l'aide d'un instrument approprié (par exemple cuillère ou spatule) pendant un laps de temps n'excédant pas 10 s.

8 Mode opératoire

8.1 Essais à blanc

8.1.1 Essai à blanc pour la méthode

Parallèlement à la détermination de la prise d'essai (voir 8.4), effectuer un essai à blanc en suivant le même mode opératoire que pour la préparation du récipient de récupération de la matière grasse (voir 8.2), mais sans peser la prise d'essai (voir 8.3) et sans ajouter de solution de rouge Congo (voir 8.4.1) (autrement dit, ajouter uniquement les solvants).

8.1.2 Essai à blanc pour le solvant d'extraction

Pour vérifier la qualité du solvant d'extraction (4.1), évaporer 60 ml de solvant dans un récipient de récupération de la matière grasse préparé et vide (voir 8.2). Parallèlement, utiliser un autre récipient de récupération de la matière grasse préparé et vide (voir 8.2) à des fins de contrôle de la masse. Le solvant d'extraction ne doit pas laisser plus de 1,0 mg de résidu (voir l'Annexe A). Remplacer ou redistiller le solvant d'extraction s'il ne satisfait pas aux exigences.

8.2 Préparation du récipient de récupération de la matière grasse

8.2.1 Sécher le récipient de récupération de la matière grasse vide (5.4), mais auquel on aura ajouté quelques régulateurs d'ébullition (5.5), pendant au moins 30 min dans l'étuve à dessiccation (5.2) réglée à 102 °C.

8.2.2 Laisser refroidir le récipient de récupération de la matière grasse dans le dessiccateur (5.3) jusqu'à la température de la salle des balances, puis peser le récipient. Enregistrer la masse du récipient de récupération de la matière grasse contenant les régulateurs d'ébullition à 0,1 mg près.

La durée de refroidissement est fonction du nombre de récipients de récupération de la matière grasse et de la grandeur du dessiccateur utilisé. S'assurer que la durée de refroidissement du récipient de récupération de la matière grasse vide est quasiment égale au temps de refroidissement du récipient de récupération de la matière grasse contenant la matière grasse extraite.

8.3 Préparation de la prise d'essai

8.3.1 Beurre et émulsions d'huile alimentaire

Peser de 4 g à 6 g d'échantillon pour essai (voir 7.2) dans le tube de centrifugation étanche (5.7). Dans le cas de la séparation des phases par gravité (voir 8.4.3), peser de 2 g à 3 g d'échantillon pour essai dans le tube de centrifugation étanche. Dans les deux cas, enregistrer la masse de la prise d'essai à 0,1 mg près.

8.3.2 Matières grasses tartinables

Peser de 1 g à 2 g d'échantillon pour essai (voir 7.2) dans le tube de centrifugation étanche (5.7). Enregistrer la masse de la prise d'essai à 0,1 mg près.

8.4 Détermination

8.4.1 Ajouter 20 ml de solvant d'extraction (4.1) et une goutte de solution de rouge Congo (4.3) à la prise d'essai (voir 8.3.1 ou 8.3.2) dans le tube de centrifugation étanche. Visser à fond le capuchon du tube de centrifugation.

NOTE 1 Le nombre d'extractions et le volume de solvant nécessaire aux différentes extractions dépend du type de produit et des moyens mis en œuvre pour séparer les phases (voir Tableau 1).

NOTE 2 L'utilisation de la solution de rouge Congo (4.3) est facultative, mais elle est particulièrement utile dans le cas des matières grasses tartinables produisant une phase aqueuse transparente.

8.4.2 Mélanger le contenu du tube de centrifugation étanche fermé (voir 8.4.1) en utilisant l'agitateur-mélangeur à vortex (5.8) jusqu'à dissolution complète et disparition des morceaux.

8.4.3 Centrifuger le tube de centrifugation étanche fermé jusqu'à obtention d'une phase de solvant d'extraction limpide. Pour la centrifugation de tubes contenant de l'éther, prendre des mesures de sécurité appropriées.

NOTE La vitesse de centrifugation dépend du type de centrifugeuse utilisée (5.9). En général, une phase organique d'extraction limpide s'obtient en 3 min à 5 min avec une accélération radiale comprise entre 50 g et 100 g.

Si aucune centrifugeuse appropriée (5.9) n'est disponible, laisser les deux phases se séparer sous l'action de la gravité jusqu'à obtention d'une phase organique limpide et distincte de la phase aqueuse.

Si, dans le cas d'une prise d'essai de matières grasses tartinables et après séparation des phases, une phase de solvant trouble ou une émulsion persistante est obtenue, dévisser le capuchon et ajouter 2 ml d'éthanol (4.2) au contenu du tube de centrifugation. Refermer le tube de centrifugation, mélanger son contenu et centrifuger le tube comme indiqué ci-avant.

8.4.4 Dévisser le capuchon et inspecter l'extérieur du bord du tube afin de détecter toute fuite éventuelle de matière grasse. Recommencer l'analyse en cas de perte de matière grasse.

À l'aide d'un pipetteur (5.10), transférer quantitativement autant de la phase de solvant d'extraction que possible dans le récipient de récupération de la matière grasse correspondant (voir 8.2.2), en prenant soin de ne pas transvaser la moindre quantité de phase aqueuse. Transférer le solvant au-dessus d'une enceinte d'aspiration ou sous une hotte.

Ne pas immerger trop en profondeur la pointe de la pipette dans la phase de solvant d'extraction. Toujours placer la pointe de la pipette juste en dessous de la surface et aller plus en profondeur au fur et à mesure que le solvant est aspiré.

NOTE 1 La technique indiquée ci-dessus contribue grandement à réduire la quantité de matière grasse restant sur la paroi externe de la pointe.

Éviter toute contamination croisée de la matière grasse d'un échantillon à l'autre. Si un pipetteur automatique est utilisé pour transférer le solvant, utiliser une pointe différente (numérotée si besoin est) pour chaque récipient de récupération de la matière grasse. Une fois le transfert effectué, la présence d'un résidu de matière grasse sur la paroi externe de la pointe de la pipette est possible. Positionner la pointe de façon à éviter de perdre cette matière grasse (c'est-à-dire placer la pointe en position horizontale sur un support ou la laisser reposer à un certain angle dans le récipient de récupération de la matière grasse approprié, mais pas dans l'extrait de solvant d'extraction récupéré).

Les joints en caoutchouc des pipetteurs (5.10) servant au transfert du solvant d'extraction peuvent se détériorer. Vérifier s'il est possible d'utiliser le pipetteur pour transférer le solvant, ou le consacrer exclusivement à cette méthode.

NOTE 2 Pendant la première étape de l'extraction, la phase de solvant d'extraction a une concentration en matière grasse relativement élevée. Des pertes, aussi faibles soient-elles, de la phase de solvant d'extraction au cours du transvasement du tube dans le récipient de récupération de la matière grasse peuvent considérablement modifier (diminuer) le résultat de la détermination de la teneur en matière grasse.

8.4.5 Réaliser une deuxième extraction en ajoutant un volume donné de solvant d'extraction (4.1) au tube de centrifugation; ce volume, spécifié dans le Tableau 1, dépend de l'échantillon pour essai et du mode opératoire de séparation. Pendant l'adjonction de solvant, rincer les parois interne et externe de l'extrémité inférieure de la pointe de la pipette.

Remettre le capuchon fileté, mélanger à l'aide de l'agitateur-mélangeur à vortex (5.8) pendant 15 s et centrifuger comme décrit en 8.4.3. Renouveler le transfert de solvant d'extraction comme décrit en 8.4.4 en ajoutant la phase de solvant d'extraction à l'extrait précédent dans le récipient de récupération de la matière grasse.