NORME INTERNATIONALE

ISO 8262-3

FIL 124-3

Deuxième édition
2005-11-01

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

Partie 3: Cas particuliers

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Milk products and milk-based foods — Determination of fat content by the Weibull-Berntrop gravimetric method (Reference method) — Part 3: Special cases

ISO 8262-3:2005
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/602933e0-288d-4410-811a-c15a115b7fa0/iso-8262-3-2005

Numéros de référence
ISO 8262-3:2005(F)
FIL 124-3:2005(F)

© ISO et FIL 2005

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 8262-3:2005
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/602933e0-288d-4410-811a-cf5d11f53f37/iso-8262-3-2005

© ISO et FIL 2005

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

Introduction vi

1 Domaine d'application 1

2 Termes et définitions 1

3 Principe 1

4 Réactifs et matériaux 2

5 Appareillage 2

6 Échantillonnage 3

7 Mode opératoire 4
7.1 Préparation de l'échantillon pour essai 4
7.2 Prise d'essai 4
7.3 Essai à blanc 5
7.4 Préparation de la fiole d'extraction 5
7.5 Détermination 5

8 Calcul et expression des résultats 6

9 Fidélité 7
9.1 Essais interlaboratoires 7
9.2 Répétabilité 7
9.3 Reproductibilité 7

10 Notes sur le mode opératoire 8
10.1 Essais à blanc pour contrôler le solvant et les papiers-filtres 8
10.2 Essai à blanc effectué en même temps que la détermination 8

11 Rapport d'essai 8

Bibliographie 9

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 8262-3:2005
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/602933c0-288d-4410-811a-cf5d11f53f37/iso-8262-3-2005

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.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

L'ISO 8262-3 | FIL 124-3 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). Elle est publiée conjointement par l'ISO et la FIL.

Cette édition de l'ISO 8262-3 | FIL 124-3 annule et remplace l'ISO 8262-3:1987, dont elle constitue une révision mineure.

ISO 8262-3:2005
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/602933e0-288d-4410-811a-cf5d11f53f37/iso-8262-3-2005

L'ISO 8262 | FIL 124 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Produits laitiers et produits à base de lait — Détermination de la teneur en matière grasse par la méthode gravimétrique Weibull-Berntrop (Méthode de référence)*:

— *Partie 1: Aliments pour enfants en bas âge*

— *Partie 2: Glaces de consommation et préparations pour glaces à base de lait*

— *Partie 3: Cas particuliers*

© ISO et FIL 2005 – Tous droits réservés

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 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 de la FIL.

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. La FIL ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

L'ISO 8262-3 | FIL 124-3 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). Elle est publiée conjointement par la FIL et l'ISO.

L'ensemble des travaux a été confié à l'Équipe d'Action mixte ISO-FIL du Comité permanent chargé de la *Détermination des matières grasses* (E 31), sous la conduite de son chef de projet, Monsieur J. Eisses (NL).

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Cette édition de l'ISO 8262-3 | FIL 124-3 annule et remplace la FIL 126A:1988, dont elle constitue une révision mineure.

ISO 8262-3:2005
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/602933e0-388d-4410-811a-cf5d11f53f37/iso-8262-3-2005

L'ISO 8262 | FIL 124 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Produits laitiers et produits à base de lait — Détermination de la teneur en matière grasse par la méthode gravimétrique Weibull-Berntrop (Méthode de référence)*:

— *Partie 1: Aliments pour enfants en bas âge*

— *Partie 2: Glaces de consommation et préparations pour glaces à base de lait*

— *Partie 3: Cas particuliers*

© ISO et FIL 2005 – Tous droits réservés

Introduction

L'ISO 8262-3 | FIL 124-3 a été établie en vue de disposer d'une série de méthodes de référence, harmonisées le mieux possible, pour la détermination par gravimétrie de la teneur en matière grasse du lait, des produits laitiers et des aliments à base de lait. Ces méthodes reposent soit sur le principe de Röse-Gottlieb (RG), soit sur celui de Weibull-Berntrop (WB), soit encore sur celui de Schmid-Bondzynski-Ratzlaff (SBR).

Pour la présente partie de l'ISO 8262-3 | FIL 124-3, concernant le lait et les produits laitiers liquides qui ont été concentrés ou séchés dans de mauvaises conditions et/ou contenant des composés insolubles non laitiers, une méthode basée sur le principe de WB a été retenue pour les raisons suivantes:

a) lorsqu'une quantité élevée d'acides gras libres est présente ou lorsque le produit contient des grumeaux et/ou des non-laitiers insolubles dans l'ammoniaque, l'extraction de la matière grasse est incomplète, de sorte que la méthode RG ne convient pas;

b) une teneur généralement élevée en hydrates de carbone augmentant la quantité de composés extractibles par l'éther lors de la minéralisation acide et donnant alors des valeurs trop élevées de la teneur en matière grasse rend la méthode SBR inappropriée;

c) la méthode WB, bien qu'impliquant aussi une minéralisation acide, n'est pas troublée par ces composés extractibles par l'éther puisque le minéralisat est filtré et lavé, et que le résidu séché sur le filtre ne contient aucun composé extractible par l'éther de pétrole;

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

d) la méthode décrite est déjà utilisée à cette intention dans de nombreux pays.

ISO 8262-3:2005
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6079133e0-288d-4410-811a-cf5d11f53B7/iso-8262-3-2005

La méthode originale Weibull était appliquée au pain. Une méthode grandement modifiée, telle que spécifiée dans la présente Norme internationale, a été développée par Berntrop. Cette version a été largement appliquée dans plusieurs pays pour la détermination de la teneur en matière grasse dans de nombreux produits alimentaires.

© ISO et FIL 2005 – Tous droits réservés

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

Partie 3:
Cas particuliers

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 8262│FIL 124 spécifie la méthode de référence pour la détermination de la teneur en matière grasse du lait et des produits laitiers liquides concentrés ou séchés, pour lesquels la méthode Röse-Gottlieb n'est pas applicable, car ces produits contiennent des quantités significatives d'acides gras libres ou ne sont pas complètement solubles dans l'ammoniaque à cause de la présence de grumeaux, de composés non laitiers, par exemple flans, bouillies d'avoine ou certains autres produits à base de lait destinés à la boulangerie.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

NOTE 1 Les méthodes de référence Röse-Gottlieb utilisées pour la détermination de la teneur en matière grasse du lait, de la crème, du lait concentré sucré, ou de produits laitiers séchés, sont décrites respectivement dans l'ISO 1211, l'ISO 2450, l'ISO 1737 et l'ISO 1736.

La méthode est également applicable aux fromages frais tels que fromage blanc et pâte fraîche, ainsi qu'aux fromages frais contenant des fruits, du sirop, du «muesli», etc. pour lesquels la méthode SBR ne convient pas, en raison des teneurs plus élevées en hydrates de carbone et/ou d'une hétérogénéité extrême.

ISO 8262-3:2005
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/60793e0-288d-4410-81fa-cf5d11f53f37/iso-8262-3-2005

NOTE 2 Une méthode de référence Schmid-Bondzynski-Ratzlaff, pour la détermination de la teneur en matière grasse dans les fromages et fromages fondus ayant des teneurs en lactose inférieures à 5 % (fraction massique) des matières solides non grasses, est spécifiée dans l'ISO 1735.

2 Termes et définitions

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

2.1
teneur en matières grasse
toutes les substances déterminées par la méthode décrite dans la présente partie de l'ISO 8262│FIL 124

NOTE Elle est exprimée en fraction massique en pourcentage.

3 Principe

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

© ISO et FIL 2005 – Tous droits réservés

4 Réactifs et matériaux

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

4.1 Acide chlorhydrique, solution à environ 20 % (fraction massique) d'HCl, ρ_{20} = 1,10 g/ml environ.

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

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

Pour vérifier la qualité du solvant d'extraction, distiller 100 ml à partir d'une fiole d'extraction (5.4) préparée comme spécifié en 7.4. Utiliser une fiole vide d'extraction préparée de la même façon, pour les contrôles de masse (voir 10.1). Le solvant ne doit pas laisser de résidus supérieurs à 1,0 mg.

Remplacer ou distiller le solvant s'il ne remplit pas cette condition.

4.3 Papiers-filtres, de 150 mm de diamètre, plissés, à filtration moyenne, de préférence dégraissés.

Pour vérifier la qualité du papier-filtre, effectuer un essai à blanc comme spécifié en 7.3, à l'aide d'un solvant satisfaisant aux exigences de 4.2. Utiliser une fiole d'extraction vide (5.4), préparée comme spécifié en 7.4 pour les contrôles de masse (voir 10.1). Le papier ne doit pas laisser de résidus supérieurs à 2,5 mg.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Remplacer le papier-filtre non résistant.

4.4 Papier indicateur.

4.5 Terre de diatomées (facultatif; voir 7.5.3).

ISO 8262-3:2005
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/602933e0-288d-4410-811a-cf5d11f53f37/iso-8262-3-2005

4.6 Lactose pur (facultatif; voir 7.5.3).

4.7 Tampon de coton, dégraissé par extraction à l'aide du solvant (4.2) pendant 1,5 h et séché.

5 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, en particulier, ce qui suit.

5.1 Balance analytique.

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

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

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

5.5 Cartouches d'extraction, faites en papier-filtre dégraissé, en verre, en oxyde d'aluminium ou en polytétrafluoroéthylène (PTFE), n'apportant aucun résidu lors de l'essai à blanc, ou faites en cellulose,

 © ISO et FIL 2005 – Tous droits réservés

monocouche, de 22 mm de diamètre intérieur et de 80 mm de longueur, pour utilisation avec l'appareil d'extraction (5.3).

5.6 Bains d'eau, réglables aux températures suivantes:

— 40 °C à 60 °C (voir 7.1.1);

— 30 °C à 40 °C (voir 7.1.2).

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

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

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

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

5.11 Entonnoir pour filtration, qui convient à l'utilisation du papier-filtre plissé (5.18).

5.12 Béchers à bec, de 100 ml et 250 ml de capacité.

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

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

5.14 Étuve à dessiccation, à chauffage électrique, munie d'ouïes de ventilation complètement ouvertes, réglable à une température de 102 °C ± 2 °C, uniforme en tous points.

ISO 8262-3:2005
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/602933e0-288d-4410-811a-cf5d11f53f37/iso-8262-3-2005

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

5.15 Éprouvettes graduées, de 50 ml, 100 ml et 250 ml de capacité.

5.16 Pinces métalliques, appropriées pour tenir les fioles ou les béchers.

5.17 Pincettes, à extrémités aplaties, pour tenir les filtres et les cartouches.

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 partie de l'ISO 8262|FIL 124. Une méthode d'échantillonnage recommandée est donnée dans l'ISO 707|FIL 50.

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

© ISO et FIL 2005 – Tous droits réservés