

---

---

**Fromages — Détermination de la teneur  
en matière grasse — Méthode Van Gulik**

*Cheese — Determination of fat content — Van Gulik method*

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
(standards.iteh.ai)  
Full standard:  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4a6b23ca-a1af-4f8a-a638-f3255b0b4c9b/iso-3433-2008>



Numéros de référence  
ISO 3433:2008(F)  
FIL 222:2008(F)

### 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.itih.ai)  
Full standard:  
<https://standards.itih.ai/catalog/standards/sist/4a6b23ca-a1af-4f8a-a638-f3255b0b4c9b/iso-3433-2008>



### DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO et FIL 2008

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'une ou l'autre des adresses 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](mailto:copyright@iso.org)  
Web [www.iso.org](http://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](mailto:info@fil-idf.org)  
Web [www.fil-idf.org](http://www.fil-idf.org)

Publié 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 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 3433|FIL 222 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 deuxième édition de l'ISO 3433|FIL 222 annule et remplace la première édition (ISO 3433:1975), dont elle constitue une révision mineure.

## Avant-propos

La **FIL (Fédération Internationale de Laiterie)** est une organisation sans but lucratif représentant le secteur laitier mondial. Les membres de la FIL se composent des Comités Nationaux dans chaque pays membre et des associations laitières régionales avec lesquelles la FIL a signé des accords de coopération. Tout membre de la FIL 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 de la FIL 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. 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 3433|FIL 222 a été élaborée par la Fédération Internationale de Laiterie (FIL) et le comité technique ISO/TC 34, *Produits alimentaires*, sous-comité SC 5, *Lait et produits laitiers*. Elle est publiée conjointement par la FIL et l'ISO.

L'ensemble des travaux a été effectué par l'ancien Groupe d'Experts mixte ISO-FIL-AOAC (E31-E301) qui fait maintenant partie de l'Équipe d'Action mixte ISO-FIL *Matière grasse* du Comité permanent *Principaux composants du lait*.

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)  
Full standard:  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sis/45fb23ca-a1af-4f8a-a638-f3255b0b4c7b/iso-3433-2008>

# Fromages — Détermination de la teneur en matière grasse — Méthode Van Gulik

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie la méthode Van Gulik pour la détermination de la teneur (fraction massique) en matière grasse des fromages.

Cette méthode est applicable à tous les types de fromages. Cependant, elle peut ne pas donner entièrement satisfaction lorsqu'elle est appliquée à des fromages à moisissures internes (fromages bleus).

NOTE Pour les fromages bleus, voir la Note en 8.3.11.

## 2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

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

ISO 3432|FIL 221, *Fromages — Détermination de la teneur en matière grasse — Butyromètre pour la méthode Van Gulik*

## 3 Termes et définitions

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

### 3.1

#### **méthode Van Gulik**

technique conventionnelle qui, appliquée à un fromage, donne une teneur en matière grasse, exprimée en grammes pour 100 g de fromage, équivalente à celle obtenue par la méthode de référence (ISO 1735|FIL 5)<sup>[2]</sup>

### 3.2

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

fraction massique de substances déterminée selon le mode d'emploi spécifié dans la présente Norme internationale

NOTE La teneur en matière grasse est exprimée en grammes pour 100 g, numériquement équivalent à une fraction massique en pourcentage.

## 4 Principe

Après dissolution des protéines du fromage au moyen d'acide sulfurique, séparation de la matière grasse par centrifugation dans un butyromètre de Van Gulik, la séparation étant favorisée par l'addition d'une petite quantité d'alcool amylique.

Obtention de la teneur en matière grasse par lecture directe sur l'échelle du butyromètre.

## 5 Réactifs

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau distillée ou déminéralisée ou de l'eau de pureté équivalente.

### 5.1 Acide sulfurique

L'acide sulfurique doit avoir une masse volumique, à 20 °C, de  $(1,522 \pm 0,005)$  g/ml, ce qui correspond à une fraction volumique de 61,72 % à 62,63 % de  $H_2SO_4$ . L'acide doit être incolore ou à peine ambré, et ne contenir aucune impureté pouvant agir sur les résultats.

### 5.2 Alcool amylique

#### 5.2.1 Composition

Une fraction volumique d'au moins 98 % d'alcool amylique<sup>1)</sup> doit être composée des alcools primaires pentane-1-ol et 2-méthylbutane-1-ol, les seules impuretés notables tolérées étant le 2-méthylpropane-1-ol et le butane-1-ol. Il doit être exempt de pentanols secondaires, de 2-méthylbutane-2-ol, furane-2-al (furfural, furane-2-carboxaldéhyde, 2-furaldéhyde), d'essence et de dérivés du benzène. Seules des traces d'eau peuvent être tolérées.

#### 5.2.2 Aspect

L'alcool amylique doit être clair et incolore.

#### 5.2.3 Masse volumique

L'alcool amylique doit avoir une masse volumique à 20 °C de 0,808 g/ml à 0,818 g/ml.

#### 5.2.4 2-Furaldéhyde et autres impuretés organiques

Un mélange de 5 ml d'alcool amylique et de 5 ml d'acide sulfurique (5.1) doit avoir au plus une couleur jaune ou légèrement brune.

#### 5.2.5 Intervalle de distillation

Quand l'alcool amylique est distillé sous une pression de 101,3 kPa<sup>2)</sup>, une fraction volumique d'au moins 98 % doit distiller au-dessous de 132 °C et une fraction volumique de pas plus de 5 % en dessous de 128 °C. L'alcool ne doit laisser aucun résidu après distillation.

Si, au cours de la distillation, la pression atmosphérique est inférieure ou supérieure à 101,3 KPa, il est recommandé respectivement d'abaisser ou d'élever les températures indiquées de 3,3 °C/kPa.

---

1) En dehors du domaine d'application de la présente Norme internationale, ce terme, dont l'utilisation est déconseillée par l'IUPAC, peut être appliqué aux huit formes isomériques de  $C_5H_{11}$ .

2) 1 kPa = 10 mbar.

## 5.2.6 Essai de conformité

Un alcool amylique peut satisfaire aux exigences de 5.2.1 à 5.2.5 et n'être pas utilisable pour la méthode Van Gulik. En conséquence, vérifier, avant utilisation, l'aptitude à l'emploi de l'alcool amylique, au moyen des essais comparatifs suivants effectués avec un alcool amylique étalon.

### 5.2.6.1 Alcool amylique étalon

Distiller un alcool amylique satisfaisant aux exigences de 5.2.1 à 5.2.5, avec une colonne de fractionnement convenable, en prenant une fraction dans un intervalle de 2 °C entre 128,0 °C et 131,5 °C (voir Note en 5.2.5). Effectuer les essais suivants sur cette fraction:

- a) Lorsqu'on la contrôle par chromatographie gaz-liquide, elle doit être composée d'au moins 99 % (fraction volumique) de méthyl-3 butanol-1 et de méthyl-2 butanol-1. Les impuretés autres que le méthyl-2 propanol-1 et le butanol-1 ne doivent être présentes qu'à l'état de traces.
- b) Lorsqu'elle est distillée par fractionnement, les premiers 10 % par volume et les derniers 10 % par volume recueillis lorsqu'ils sont comparés au moyen du mode opératoire décrit en 5.2.6.2, doivent donner des teneurs en matière grasse du lait ne différant pas de plus de 0,015 % par masse.

Si la fraction satisfait à ces deux essais, elle peut être considérée comme alcool amylique étalon. L'alcool amylique étalon peut être utilisé pendant plusieurs années, pour autant qu'il soit conservé dans un endroit sombre et frais.

### 5.2.6.2 Mode opératoire pour les essais comparatifs

Déterminer en double, par la méthode Gerber spécifiée dans l'ISO 2446, la teneur en matière grasse de quatre échantillons de lait entier ayant une teneur moyenne en matière grasse, en se servant du butyromètre dont l'erreur de graduation a été déterminée, et l'acide sulfurique de qualité convenable. Dans un échantillon de chaque paire, utiliser 1 ml d'alcool amylique soumis à vérification et, dans l'autre, 1 ml d'alcool amylique étalon (5.2.6.1).

Conserver les butyromètres placés au hasard à partir de l'agitation jusqu'à la fin de l'opération. Effectuer les lectures (par deux personnes au moins) à 0,02 % par masse de matière grasse près, et les corriger ensuite pour tenir compte des erreurs d'échelles des butyromètres.

La teneur moyenne en matière grasse des quatre échantillons de lait, obtenue avec l'alcool amylique à vérifier, ne doit pas différer de plus de 0,015 % par masse de matière grasse de la valeur moyenne obtenue avec l'alcool amylique étalon.

Au lieu de l'alcool amylique spécifié, on peut utiliser un alcool amylique artificiel ou de remplacement, éventuellement coloré, pourvu qu'il soit reconnu satisfaisant aux essais selon le mode opératoire décrit dans le présent paragraphe.

## 6 Appareillage

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

**6.1 Butyromètre Van Gulik**, conforme à l'ISO 3432|FIL 221.

**6.2 Système de pesage** (voir l'ISO 3432|FIL 221, Article 6) adaptable au gros bouchon du butyromètre. Une capsule ou une feuille de matière plastique peut également être utilisée.

**6.3 Pipette ou appareillage de mesurage automatique**, permettant de délivrer l'acide sulfurique (5.1).

**6.4 Pipette ou appareillage de mesurage automatique**, permettant de délivrer  $(1 \pm 0,05)$  ml d'alcool amylique (5.2).

6.5 **Balance analytique**, pouvant peser à 0,001 g près.

6.6 **Centrifugeuse**, dans laquelle les butyromètres peuvent être placés, munie d'un indicateur de fréquence de rotation gradué en nombre de tours à la minute, avec une tolérance maximale de  $\pm 50$  r/min et de préférence à chargement vertical plutôt qu'à chargement horizontal.

La centrifugeuse, lorsqu'elle est chargée, doit être capable d'exercer en 2 min une accélération centrifuge relative de  $(350 \pm 5)g$  à l'extrémité du bouchon du butyromètre. Une telle accélération centrifuge peut être obtenue avec des centrifugeuses ayant le rayon effectif suivant (distance horizontale entre l'axe de la centrifugeuse et l'extrémité extérieure des bouchons des butyromètres) et fonctionnant à la fréquence de rotation indiquée dans le Tableau 1.

**Tableau 1 — Rayon effectif de centrifugeuse et fréquence de rotation pour produire une accélération centrifuge de  $(350 \pm 50)g$**

Rayon effectif mm	Fréquence de rotation $\pm 70$ 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

NOTE L'accélération centrifuge relative obtenue dans une centrifugeuse est donnée par la Formule (1):

$$1,12 r n^2 \times 10^{-6} \tag{1}$$

où

- $r$  est le rayon horizontal effectif, en millimètres;
- $n$  est la fréquence de rotation, en tours par minute.

6.7 **Bain d'eau**, pour les butyromètres, pouvant être maintenu à la température de  $(65 \pm 2)^\circ\text{C}$  et permettant de maintenir les butyromètres (6.1) en position verticale, les échelles étant entièrement immergées.

6.8 **Thermomètre**, approprié, destiné à vérifier la température du bain d'eau (6.7).

6.9 **Râpe**, ou autre appareil pour broyer le fromage.

## 7 Échantillonnage

Il est important que le laboratoire reçoive un échantillon réellement représentatif, non endommagé ou modifié lors du transport et 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|FIL 50<sup>[1]</sup>.



## 8 Mode opératoire

### 8.1 Préparation de l'échantillon pour essai

Retirer la croûte ou la partie superficielle tachée ou moisie du fromage, de façon à obtenir un échantillon représentatif du fromage, tel qu'il est consommé. Broyer l'échantillon avec un broyeur approprié (6.9). Mélanger rapidement la partie broyée et, si possible, broyer et mélanger soigneusement une seconde fois.

Si l'échantillon (par exemple du fromage à pâte molle) ne peut pas être broyé, le mélanger avec soin en le pétrissant énergiquement.

Transférer immédiatement l'échantillon prétraité, ou une portion représentative de celui-ci, dans un récipient muni d'un couvercle étanche à l'air.

Effectuer l'analyse sans délai, le plus tôt possible après broyage et mélange. Si un délai est inévitable, prendre toutes les précautions pour conserver l'échantillon de façon convenable et pour éviter la condensation de la vapeur d'eau à l'intérieur du récipient. Il est recommandé de ne pas analyser des fromages broyés ou mélangés montrant la pousse de moisissures non désirées ou les signes d'un début d'altération.

Nettoyer le dispositif après avoir broyé chaque échantillon.

### 8.2 Prise d'essai

Peser, à 0,005 g près, 3,000 g de l'échantillon pour essai (8.1) dans un système de pesage adapté à un bouchon approprié (6.2) ou dans une capsule, ou sur une feuille de matière plastique.

### 8.3 Détermination

**8.3.1** Si l'on utilise un système de pesage adapté à un bouchon, fermer le col du butyromètre (6.1) avec ce bouchon muni du système de pesage contenant la prise d'essai et ajouter de l'acide sulfurique (5.1) par l'ouverture étroite jusqu'à ce que le niveau de l'acide atteigne une hauteur d'environ les deux tiers de la chambre du butyromètre et que le système de pesage soit complètement recouvert d'acide sulfurique.

Si l'on utilise pas le système de pesage, fermer l'ouverture étroite du butyromètre (6.1) avec le petit bouchon et introduire l'acide sulfurique par le col jusqu'à ce que le niveau de l'acide atteigne une hauteur d'environ la moitié de la chambre.

Transvaser le fromage dans le butyromètre. Dans le cas d'utilisation d'une feuille de matière plastique, introduire le fromage avec la feuille. Fermer le col avec le gros bouchon, retourner le butyromètre et enlever le petit bouchon.

**8.3.2** Placer le butyromètre, col en bas (c'est-à-dire large ouverture) durant 5 min, dans le bain d'eau (6.7), à  $(65 \pm 2)$  °C.

**8.3.3** Retirer le butyromètre du bain d'eau et l'agiter énergiquement durant 10 s.

**8.3.4** Répéter les opérations décrites en 8.3.2 et 8.3.3 jusqu'à ce que les protéines soient complètement dissoutes. En général 1 h est nécessaire pour atteindre ce résultat. Poursuivre ces opérations durant 15 min après que les protéines ont été dissoutes.

NOTE Il est possible d'utiliser un appareil d'agitation mécanique pour autant qu'il donne les mêmes résultats qu'avec l'agitation manuelle spécifiée ci-dessus.

**8.3.5** Retirer le butyromètre du bain d'eau et, après avoir soigneusement agité, ajouter 1 ml d'alcool amylique (5.2) par l'ouverture étroite. Agiter immédiatement durant au moins 3 s.