
**Lait sec et produits à base de lait sec —
Détermination de la teneur en matière
grasse — Méthode gravimétrique
(Méthode de référence)**

*Dried milk and dried milk products — Determination of fat content —
Gravimetric method (Reference method)*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 1736:2008](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8d57267e-2a4c-47b2-958c-fae840a1d734/iso-1736-2008)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8d57267e-2a4c-47b2-958c-fae840a1d734/iso-1736-2008>



Numéros de référence
ISO 1736:2008(F)
FIL 9:2008(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.iteh.ai)

[ISO 1736:2008](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8d57267e-2a4c-47b2-958c-fae840a1d734/iso-1736-2008)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8d57267e-2a4c-47b2-958c-fae840a1d734/iso-1736-2008>



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
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
Avant-propos.....	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	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	8
10.1 Calcul	8
10.2 Expression des résultats	8
11 Fidélité	8
11.1 Essai interlaboratoires	8
11.2 Répétabilité	8
11.3 Reproductibilité	9
12 Rapport d'essai	9
Annexe A (informative) Notes sur les modes opératoires	10
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	12
Bibliographie	15

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 1736|FIL 9 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 quatrième édition de l'ISO 1736|FIL 9 annule et remplace la troisième édition (ISO 1736:2000), dont elle constitue une révision mineure.

ISO 1736:2008
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8d57267e-2a4c-47b2-958c-fae840a1d734/iso-1736-2008>

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 1736|FIL 9 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'Équipe d'Action mixte ISO-FIL *Matière grasse* du Comité permanent *Principaux composants du lait*, sous la conduite de son chef de projet, Mr G.J. Beutick (NL).

Cette édition de l'ISO 1736|FIL 9 annule et remplace la FIL 9:1987, dont elle constitue une révision mineure.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8d57267e-2a4c-47b2-958c-fae840a1d734/iso-1736-2008>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1736:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8d57267e-2a4c-47b2-958c-fae840a1d734/iso-1736-2008>

Lait sec et produits à base de lait sec — 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 lait sec et des produits à base de lait sec. La méthode est également applicable au lait sec d'une teneur en matière grasse de 40 % (fraction massique) ou plus, au lait entier sec, au lait partiellement écrémé sec, au lait écrémé sec, au lactosérum sec, au babeurre sec et au sérum de beurre sec.

La méthode n'est pas applicable aux poudres contenant des grumeaux compacts qui ne se dissolvent pas dans une solution d'hydroxyde d'ammonium ou qui contiennent des acides gras libres en quantité significative.

NOTE Si la poudre contient des grumeaux compacts qui ne se dissolvent pas dans une solution d'hydroxyde d'ammonium ou si elle contient des acides gras libres en quantité significative, identifiables par une odeur caractéristique, le résultat de la détermination sera trop faible. Avec de tels produits, une méthode utilisant le principe de Weibull-Berntrop est appropriée (voir l'ISO 8262-3 | FIL 124-3^[3]).

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 835, *Verrerie de laboratoire — Pipettes graduées*

ISO 1042, *Verrerie de laboratoire — Fioles jaugées à un trait*

ISO 3889 | FIL 219, *Lait et produits laitiers — Spécifications des fioles d'extraction de la matière grasse, type Mojonner*

ISO 4788, *Verrerie de laboratoire — Éprouvettes graduées cylindriques*

3 Termes et définitions

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

3.1

teneur en matière grasse du lait sec et des produits à base de lait sec

fraction massique de substances, déterminée par la méthode spécifiée dans la présente Norme internationale

NOTE La teneur en matière grasse est exprimée sous forme de fraction massique, en pourcentage.

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 spécification contraire, 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 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 9.4.2).

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 Article A.5).

5.3 Solution de rouge-Congo.

Dans une fiole jaugée de 100 ml (6.14), dissoudre 1 g de rouge-Congo ($\text{C}_{32}\text{H}_{22}\text{N}_6\text{Na}_2\text{O}_6\text{S}_2$) dans de l'eau. 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 d'indicateurs peuvent être utilisées à condition 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 Article 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, Article A.1 et Article A.4).

AVERTISSEMENT — L'utilisation d'oxyde diéthylique peut comporter des risques. Observer les précautions d'usage relatives à la manipulation, à l'utilisation et à l'élimination.

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, Article A.1 et Article A.4).

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 min^{-1} à 600 min^{-1} , afin de produire une accélération radiale de 80g à 90g à l'extrémité extérieure des fioles ou des tubes.

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 $102 \text{ °C} \pm 2 \text{ °C}$ dans l'espace utilisé.

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

6.5 Bain d'eau, pouvant être maintenu à une température de $65 \text{ °C} \pm 5 \text{ °C}$.

6.6 Fioles d'extraction de la matière grasse, type Mojonier, telles que spécifiées dans l'ISO 3889|FIL 219.

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) 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.

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 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 de 25 ml de capacité, conformes aux exigences spécifiées dans l'ISO 4788, classe A, ou tout autre matériel approprié au produit concerné.

6.12 Pipettes, graduées, de 10 ml de capacité, conformes aux exigences spécifiées dans l'ISO 835, classe A.

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

6.14 Fiole volumétrique, à un trait, de 100 ml de capacité, conforme aux exigences spécifiées dans l'ISO 1042, classe A.

7 Échantillonnage

Il convient que le laboratoire reçoive un échantillon représentatif, non endommagé ou 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 | FIL 50^[1].

Conserver les échantillons pour laboratoire à une température comprise entre 2 °C et 6 °C à partir du moment de l'échantillonnage jusqu'au commencement du mode opératoire.

8 Préparation de l'échantillon pour essai

Mélanger vigoureusement l'échantillon pour essai par rotations et retournements répétés du récipient. Si nécessaire, transvaser l'échantillon pour essai dans un récipient hermétique à l'air d'une capacité d'approximativement deux fois le volume de 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 selon 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 Note en 6.6) est décrit dans l'Annexe B.

9.1 Prise d'essai

Mélanger l'échantillon pour essai (Article 8) en agitant doucement 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), l'une des prises d'essai suivantes:

- a) environ 1,000 g de lait sec à haute teneur en matière grasse, de lait entier sec ou de sérum de beurre sec;
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8d57267e-2a4c-47b2-958c-d734/iso-1736-2008>
- b) environ 1,500 g de lait partiellement écrémé sec;
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8d57267e-2a4c-47b2-958c-d734/iso-1736-2008>
- c) environ 1,500 g de lait écrémé sec;
- d) environ 1,500 g de lactosérum sec;
- e) environ 1,500 g de babeurre sec.

Transférer aussi complètement que possible la prise d'essai 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 Article A.2).

Lorsqu'un échantillon à blanc est utilisé pour un lot d'échantillons pour essai dont les échantillons individuels sont susceptibles de ne pas avoir exactement les mêmes conditions, s'assurer que le mode opératoire pour l'obtention de la valeur du blanc utilisée dans le calcul du résultat correspond exactement à celui de chaque échantillon pour essai.

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). Il convient de mentionner les corrections faites pour des valeurs supérieures à 2,5 mg 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 spécifié 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 Article A.1).

Si le résidu des réactifs de l'essai à blanc complet est supérieur à 1,0 mg, déterminer le résidu des solvants séparément en distillant respectivement 100 ml d'oxyde diéthylique (5.4) et d'éther de pétrole (5.5). Utiliser un récipient de contrôle vide, préparé comme dans l'alinéa précédent, pour obtenir la masse réelle de résidu 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 de 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 et 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) maintenue à 102 °C.

NOTE 1 Les régularisateurs d'ébullition sont utiles 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).

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 (6.13), placer le récipient sur la balance. Peser, à 1,0 mg près, le récipient pour la récupération de la matière grasse.

NOTE 2 L'utilisation des pinces évite efficacement, en particulier, des variations de température.

9.4 Détermination

9.4.1 Effectuer la détermination sans attendre.

À la prise d'essai (9.1) se trouvant dans la fiole d'extraction, ajouter environ 10 ml d'eau préalablement chauffée à $65\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$, 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. Agiter vigoureusement le mélange dans le bulbe étroit jusqu'à ce que la prise d'essai soit complètement dispersée.

9.4.2 Ajouter 2 ml de solution d'hydroxyde d'ammonium (5.1) à la prise d'essai dispersée (9.4.1) se trouvant dans la fiole d'extraction, ou un volume équivalent d'une solution plus concentrée (voir Note en 5.1). Mélanger vigoureusement avec la prise d'essai dans le bulbe étroit de la fiole.

9.4.3 Chauffer, pendant 15 min à 20 min, la fiole dans le bain d'eau (6.5) réglé à $65\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$, tout en l'agitant de temps en temps, puis la refroidir sous l'eau courante jusqu'à température ambiante.

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).