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

*Milk — Determination of fat content — Gravimetric method (Reference
method)*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 1211:2010](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e91b7bcc-6f2d-4f80-a313-29797a9e4722/iso-1211-2010)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e91b7bcc-6f2d-4f80-a313-
29797a9e4722/iso-1211-2010](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e91b7bcc-6f2d-4f80-a313-29797a9e4722/iso-1211-2010)



Numéros de référence
ISO 1211:2010(F)
FIL 1:2010(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 1211:2010](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e91b7bcc-6f2d-4f80-a313-29797a9e4722/iso-1211-2010)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e91b7bcc-6f2d-4f80-a313-29797a9e4722/iso-1211-2010>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO et FIL 2010

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
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principe	1
5 Réactifs	2
6 Appareillage	2
7 Échantillonnage	3
8 Préparation de l'échantillon pour essai	4
9 Mode opératoire	4
9.1 Généralités	4
9.2 Prise d'essai	4
9.3 Essais à blanc	4
9.4 Préparation du récipient pour la récupération de la matière grasse	5
9.5 Détermination	5
10 Calcul et expression des résultats	8
10.1 Calcul	8
10.2 Expression des résultats	8
11 Fidélité	9
11.1 Essai interlaboratoires	9
11.2 Répétabilité	9
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
Annexe C (informative) Essai interlaboratoires sur le lait cru	15
Annexe D (informative) Essai interlaboratoires sur le lait entier de brebis et le lait entier de chèvre	17
Bibliographie	19

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 1211|FIL 1 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 troisième édition de l'ISO 1211|FIL 1 annule et remplace la deuxième édition (ISO 1211:1999), qui a fait l'objet d'une révision technique.

ISO 1211:2010
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e91b7bcc-6f2d-4f80-a313-29797a9e4722/iso-1211-2010>

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.

La tâche principale des Comités permanents est d'élaborer les Normes internationales. Les projets de Normes internationales adoptés par les Comités permanents sont soumis aux Comités Nationaux pour approbation avant publication en tant que Norme internationale. La publication comme Norme internationale 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 1211|FIL 1 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 confié au Groupe de projet mixte ISO-FIL sur les *Matières grasses dans le lait* du Comité permanent chargé des *Méthodes d'analyse de la composition*, sous la conduite de son chef de projet, Mme S. Orlandini (IT).

Cette édition de l'ISO 1211|FIL 1 annule et remplace la FIL 1D:1996, qui a fait l'objet d'une révision technique.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1211:2010

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e91b7bcc-6f2d-4f80-a313-29797a9e4722/iso-1211-2010>

Lait — Détermination de la teneur en matière grasse — Méthode gravimétrique (Méthode de référence)

AVERTISSEMENT — Il convient que l'utilisateur de la présente Norme internationale connaisse bien les pratiques courantes de laboratoire. La présente Norme internationale n'a pas pour but de traiter tous les problèmes de sécurité qui sont, le cas échéant, liés à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur d'établir des pratiques appropriées en matière d'hygiène et de sécurité, et de s'assurer de la conformité à la réglementation nationale en vigueur.

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie la méthode de référence pour la détermination de la teneur en matière grasse du lait de bonne qualité physicochimique.

La méthode est applicable au lait cru de vache, de brebis et de chèvre, au lait allégé en matière grasse, au lait écrémé, au lait conservé chimiquement et au lait liquide ayant subi un traitement.

Elle n'est pas applicable lorsqu'une plus grande précision est demandée pour le lait écrémé, par exemple pour connaître l'efficacité de l'opération d'écémage.

NOTE L'ISO 7208 | FIL 22^[7] spécifie une méthode spéciale pour les produits laitiers écrémés.

[ISO 1211:2010](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e91b7bcc-6f2d-4f80-a313-29797a9e4722/iso-1211-2010)

2 Références normatives

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e91b7bcc-6f2d-4f80-a313-29797a9e4722/iso-1211-2010>

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

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

fraction massique de substances déterminée par le mode opératoire spécifié 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'un échantillon pour essai est extraite au moyen d'éther diéthylique et d'éther de pétrole. Les solvants sont éliminés par distillation ou évaporation. 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 équivalente.

Les réactifs ne doivent pas laisser de résidu appréciable lorsque la détermination est effectuée selon la méthode spécifiée (voir 9.3.2).

5.1 Hydroxyde d'ammonium, solution contenant une fraction massique de NH_3 d'environ 25 % ($\rho_{20} [\text{NH}_3] = 910 \text{ g/l}$).

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 9.5.1).

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.4.)

5.3 Solution de rouge Congo.

Dans une fiole jaugée à un trait de 100 ml (6.14), dissoudre dans de l'eau 1 g de rouge Congo ($\text{C}_{32}\text{H}_{22}\text{N}_6\text{Na}_2\text{O}_6\text{S}_2$). Compléter avec de l'eau jusqu'au trait.

NOTE L'utilisation de cette solution, qui permet de mieux voir l'interface entre la couche de solvant et la couche aqueuse, est facultative (voir 9.5.2). D'autres solutions aqueuses de colorants peuvent être utilisées à condition qu'elles ne modifient pas le résultat de la détermination.

AVERTISSEMENT — Le rouge Congo est cancérigène.

5.4 Éther diéthylique ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OC}_2\text{H}_5$), exempt de peroxydes (voir A.3) et conforme aux exigences de l'essai à blanc (voir 9.3.2 et A.2).

AVERTISSEMENT — L'utilisation d'éther diéthylique peut comporter des risques. Respecter les précautions de sécurité en vigueur en matière de manipulation, d'utilisation et d'élimination.

5.5 Éther de pétrole, ayant un point d'ébullition compris entre 30 °C et 60 °C ou, en variante équivalente, **pentane** ($\text{CH}_3[\text{CH}_2]_3\text{CH}_3$) ayant un point d'ébullition de 36 °C et conforme aux exigences de l'essai à blanc (voir 9.3.2, A.1 et A.2).

5.6 Mélange de solvants.

Peu de temps avant l'emploi, mélanger des volumes égaux d'éther 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 précision d'indication de 0,1 mg.

6.2 Centrifugeuse, dans laquelle les fioles ou les tubes d'extraction de la matière grasse (6.6) peuvent être placés et 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 9.5.5).

6.3 Appareil de distillation ou d'évaporation, approprié pour distiller les solvants et l'éthanol des fioles à ébullition ou des fioles coniques, ou de les évaporer des capsules (voir 9.5.12) à une température n'excédant pas 100 °C.

6.4 Étuve à dessiccation, à chauffage électrique, munie d'ouïes de ventilation complètement ouvertes, pouvant fonctionner 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, pouvant maintenir une température comprise entre 35 °C et 40 °C.

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

NOTE Il est également possible d'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 (voir l'Annexe B).

Les fioles d'extraction de la matière grasse 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'éther 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 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, en carbure de silicium ou en verre. Leur utilisation est facultative.

6.11 Éprouvettes graduées, de 5 ml et 25 ml de capacité, ISO 4788^[4], classe A, ou tout autre appareil adapté au produit concerné.

6.12 Pipettes, graduées, de 10 ml de capacité, ISO 835^[2], classe A.

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

6.14 Fiole jaugée à un trait, de 100 ml de capacité, ISO 1042^[3], classe A.

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 | FIL 50^[1].

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

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

En utilisant le bain d'eau (6.5), amener l'échantillon pour essai à une température de $38\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$. Bien mélanger l'échantillon, mais doucement, sans causer de mousse ou de barattage, puis refroidir rapidement l'échantillon pour essai à environ $20\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$.

S'il est possible d'obtenir un échantillon pour essai homogène sans préchauffage (par exemple pour les échantillons de lait écrémé), amener la température de l'échantillon pour essai à $20\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$, et bien mélanger l'échantillon, mais doucement, au moyen de retournements répétés du récipient de l'échantillon.

Il ne faut pas s'attendre à obtenir une valeur correcte de la teneur en matière grasse:

- a) si le lait est baratté;
- b) lorsqu'une odeur distincte d'acides gras libres est perceptible;

NOTE Le lait de chèvre contient naturellement un faible taux d'acides gras libres, qui ne sont pas complètement extraits dans cette méthode.

- c) si, pendant ou après la préparation de l'échantillon pour essai, des particules blanches sont visibles sur les parois du récipient de l'échantillon ou si des gouttelettes de matière grasse flottent à la surface de l'échantillon.

9 Mode opératoire

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

9.1 Généralités

S'il est nécessaire de vérifier que la limite de répétabilité (11.2) est satisfaite, effectuer deux déterminations séparées conformément à 9.2 à 9.5.

NOTE 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.

9.2 Prise d'essai

Mélanger l'échantillon pour essai préparé (Article 8) en retournant doucement le récipient trois ou quatre fois. Peser immédiatement, à 1 mg près, directement ou par différence, dans une fiole d'extraction de la matière grasse (6.6), 10 g à 11 g de l'échantillon pour essai.

Transférer la prise d'essai aussi complètement que possible dans le bulbe inférieur (étroit) de la fiole d'extraction de la matière grasse.

9.3 Essais à blanc

9.3.1 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 9.2 par 10 ml d'eau (voir A.1).

Lorsqu'un lot d'échantillons pour essai est analysé, le nombre de cycles de séchage peut varier entre des échantillons différents. Si un échantillon à blanc est utilisé pour le lot entier, s'assurer que la valeur à blanc utilisée dans le calcul de la teneur en matière grasse d'un échantillon individuel a été obtenue dans les mêmes conditions que l'échantillon pour essai individuel.

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 (9.3.2). Il convient que les corrections apportées pour des valeurs supérieures à 2,5 mg figurent dans le rapport d'essai.

9.3.2 Essai à blanc pour les réactifs

Pour vérifier la qualité des réactifs, effectuer un essai à blanc comme spécifié en 9.3.1. En outre, pour les contrôles de masses, utiliser un récipient pour la récupération de la matière grasse vide, préparé comme spécifié en 9.4. Les réactifs ne doivent pas laisser de résidus supérieurs à 1,0 mg (voir A.2).

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'éther 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 résidus qui ne doit pas être supérieure à 1,0 mg.

Remplacer les réactifs ou solvants non satisfaisants, ou distiller à nouveau les solvants.

9.4 Préparation du récipient pour la récupération de la matière grasse

Sécher, pendant 1 h, un récipient pour la récupération de la matière grasse (6.9) avec quelques régularisateurs d'ébullition (6.10) à l'étuve (6.4) maintenue à $102 \text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2 \text{ }^{\circ}\text{C}$.

NOTE 1 L'utilisation de régularisateurs d'ébullition est facultative pour permettre une ébullition modérée au cours de l'élimination ultérieure des solvants, notamment dans le cas de récipients en verre.

Laisser refroidir à la température de la salle des balances le récipient pour la récupération de la matière grasse, protégé des poussières. Faire refroidir un récipient pour la récupération de la matière grasse en verre pendant au moins 1 h et une capsule métallique pendant au moins 30 min. Pour éviter un refroidissement insuffisant ou des périodes de refroidissement exagérément prolongées, ne pas placer le récipient pour la récupération de la matière grasse dans un dessiccateur.

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

NOTE 2 L'utilisation de pinces évite efficacement les variations de température.

9.5 Détermination

9.5.1 Débuter la détermination dans un délai de 1 h suivant le pesage de l'échantillon.

Ajouter 2 ml de solution d'hydroxyde d'ammonium (5.1) ou un volume équivalent d'une solution plus concentrée (voir 5.1) à la prise d'essai se trouvant dans la fiole d'extraction de la matière grasse (9.2). Mélanger complètement avec la prise d'essai dans le bulbe étroit de la fiole d'extraction de la matière grasse.

9.5.2 Ajouter 10 ml d'éthanol (5.2). Mélanger doucement, mais complètement, en laissant le contenu de la fiole d'extraction de la matière grasse aller et venir entre le bulbe étroit et le bulbe large. Éviter d'amener le liquide trop près du col de la fiole. Ajouter, si souhaité, deux gouttes de solution de rouge Congo (5.3).

9.5.3 Ajouter 25 ml d'éther diéthylique (5.4). Boucher la fiole d'extraction de la matière grasse 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 pendant 1 min, mais sans excès afin d'éviter la formation d'émulsions persistantes.

Lors de l'agitation, maintenir la fiole d'extraction de la matière grasse 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. Retirer avec précaution le bouchon en liège ou l'autre bouchon et le rincer, ainsi que l'intérieur du col de la fiole d'extraction de la matière grasse, 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.

9.5.4 Ajouter 25 ml d'éther de pétrole (5.5). Boucher la fiole d'extraction de la matière grasse avec le bouchon en liège ou l'autre bouchon. Agiter à nouveau la fiole pendant 30 s comme spécifié en 9.5.3.