
**Lait et produits laitiers — Détermination
de l'acidité titrable de la matière grasse
laitière**

*Milk and milk products — Determination of the titratable acidity of milk
fat*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO/TS 22113:2012](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dbc51792-2dc5-44d2-b23c-b676c851de7a/iso-ts-22113-2012)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dbc51792-2dc5-44d2-b23c-
b676c851de7a/iso-ts-22113-2012](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dbc51792-2dc5-44d2-b23c-b676c851de7a/iso-ts-22113-2012)



Numéros de référence
ISO/TS 22113:2012(F)
FIL/MR 204:2012(F)

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO/TS 22113:2012](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dbc51792-2dc5-44d2-b23c-b676c851de7a/iso-ts-22113-2012)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dbc51792-2dc5-44d2-b23c-b676c851de7a/iso-ts-22113-2012>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO et FIL 2012

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 du Lait
Silver Building • Boulevard Auguste Reyers 70/B • 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 Principe	1
3 Réactifs	1
4 Appareillage	3
5 Échantillonnage	4
6 Préparation des échantillons pour essai	4
6.1 Stockage et conservation	4
6.2 Prétraitement de l'échantillon pour essai	4
7 Mode opératoire	5
7.1 Séparation de la matière grasse	5
7.2 Titration	5
8 Calcul et expression des résultats	6
8.1 Calcul	6
8.2 Expression des résultats	6
9 Fidélité	6
9.1 Essai interlaboratoires	6
9.2 Répétabilité	6
10 Rapport d'essai	7
Annexe A (informative) Modèles de tubes d'extraction de la matière grasse	8
Annexe B (informative) Dispositif de titrage type pour le titrage consécutif de plusieurs échantillons dans un même volume de solvant de matière grasse	9
Annexe C (informative) Lignes directrices pour la préparation et l'utilisation d'échantillons de matière grasse de référence en vue du suivi du mode opératoire de titrage	10
Annexe D (informative) Essai interlaboratoires	14
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.

Dans d'autres circonstances, en particulier lorsqu'il existe une demande urgente du marché, un comité technique peut décider de publier d'autres types de documents:

- une Spécification publiquement disponible ISO (ISO/PAS) représente un accord entre les experts dans un groupe de travail ISO et est acceptée pour publication si elle est approuvée par plus de 50 % des membres votants du comité dont relève le groupe de travail;
- une Spécification technique ISO (ISO/TS) représente un accord entre les membres d'un comité technique et est acceptée pour publication si elle est approuvée par 2/3 des membres votants du comité.

Une ISO/PAS ou ISO/TS fait l'objet d'un examen après trois ans afin de décider si elle est confirmée pour trois nouvelles années, révisée pour devenir une Norme internationale, ou annulée. Lorsqu'une ISO/PAS ou ISO/TS a été confirmée, elle fait l'objet d'un nouvel examen après trois ans qui décidera soit de sa transformation en Norme internationale soit de son annulation.

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/TS 22113|FIL/MR 204 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits alimentaires*, sous-comité SC 5, *Lait et produits laitiers*, et la Fédération Internationale du Lait (FIL). Elle est publiée conjointement par l'ISO et la FIL.

Avant-propos

La **FIL (Fédération Internationale du Lait)** 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.

Dans d'autres circonstances, particulièrement quand une demande urgente du marché survient pour de tels documents, un Comité permanent peut décider de publier un autre type de document à valeur de norme que la FIL appelle *Méthode révisée*. Une telle méthode illustre un consensus entre les membres d'un Comité permanent et est acceptée pour publication si elle est approuvée par au moins 50 % des Comités Nationaux émettant un vote. Une *Méthode révisée* est équivalente à une ISO/PAS ou à une ISO/TS et sera donc aussi publiée conjointement selon les conditions ISO.

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/TS 22113|FIL/MR 204 a été élaborée par la Fédération Internationale du Lait (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 (C01) sur la *Détermination de l'acidité titrable de la matière grasse (méthode BDI)* du Comité permanent chargé des *Méthodes d'analyse de la composition (SCAMC)*, sous la conduite de son chef de projet, P. Trossat (FR).

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO/TS 22113:2012

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dbc51792-2dc5-44d2-b23c-b676c851de7a/iso-ts-22113-2012>

Lait et produits laitiers — Détermination de l'acidité titrable de la matière grasse laitière

1 Domaine d'application

La présente Spécification technique spécifie une méthode de routine pour déterminer l'acidité titrable de la matière grasse laitière.

La méthode s'applique à la matière grasse laitière obtenue à partir de:

- a) lait cru;
- b) lait traité thermiquement;
- c) lait reconstitué à partir de poudre de lait;
- d) crème à différentes teneurs en matière grasse, à condition que le produit soit dilué de manière à obtenir une fraction massique de matière grasse comprise entre 4 % et 6 %.

La méthode n'est pas applicable au lait fermenté ou au lait ayant subi une dégradation bactérienne ou enzymatique.

NOTE 1 Le mode opératoire de titrage peut également être appliqué à de la matière grasse séparée provenant de plusieurs autres produits laitiers.

NOTE 2 La présente Spécification technique est conçue pour des lots d'échantillons pour essai allant de cinq à plusieurs centaines de prises d'essai par jour.

2 Principe

Une quantité d'échantillon est mélangée soigneusement avec une solution contenant du tétraphosphate de sodium et un agent tensioactif. Le mélange est chauffé dans un bain d'eau bouillante pour obtenir la séparation de la matière grasse. Une quantité connue de matière grasse extraite est dissoute dans un solvant organique et titrée avec un alcali alcoolique.

3 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.

3.1 Solution d'acide phosphorique, $c(\text{H}_3\text{PO}_4) \approx 1 \text{ mol/l}$.

3.2 Réactif BDI¹⁾. Dissoudre 70 g de tétraphosphate de sodium dans environ 700 ml d'eau distillée sans chauffage supplémentaire et mélanger.

1) L'acronyme «BDI» désigne le Bureau des industries laitières, l'organisation qui a mis au point cette méthode.

Ajouter 30 g de d'éther de polyéthylèneglycol et d'octylphénol²⁾ et mélanger de nouveau. Ajuster le pH à 6,6 avec la solution d'acide phosphorique (3.1), si nécessaire. Compléter à 1 l avec de l'eau et homogénéiser. Si nécessaire, réajuster le pH avec la solution d'acide phosphorique (3.1).

Si le réactif BDI est conservé au réfrigérateur et à l'abri de la lumière, il reste stable pendant 1 mois.

NOTE Le tétraphosphate de sodium est un polyphosphate contenant du tétraphosphate de sodium (NaPO₃)₄ comme constituant principal parmi plusieurs autres polyphosphates.

3.3 Solution de bleu de thymol, $c(\text{C}_{27}\text{H}_{30}\text{O}_5\text{S}) = 0,1 \text{ g/l}$ dans du propanol-2.

Dissoudre 0,1 g de sel de sodium de bleu de thymol dans 100 ml de propanol-2 pour préparer une solution mère. Juste avant utilisation, diluer un volume de cette solution mère avec neuf volumes de propanol-2.

3.4 Solution de solvant de matière grasse. Mélanger un volume de la solution de bleu de thymol (3.3) avec quatre volumes d'éther de pétrole ayant une température d'ébullition comprise entre 60 °C et 80 °C.

La solution de solvant de matière grasse peut être conservée à l'abri de la lumière, pendant 1 mois au maximum.

3.5 Solution d'hydrogénophthalate de potassium, $c(\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4) = 0,01 \text{ mol/l}$.

Dissoudre 1,021 1 g d'hydrogénophthalate de potassium dans une fiole jaugée à un trait de 500 ml (4.11). Compléter à 500 ml avec de l'eau et mélanger.

3.6 Solution d'hydroxyde de tétra-*n*-butylammonium, $c(\text{C}_{16}\text{H}_{37}\text{NO}) = 0,01 \text{ mol/l}$ dans un mélange de propanol-2 et de méthanol.

Diluer un volume d'hydroxyde de tétra-*n*-butylammonium, $c[(\text{C}_4\text{H}_9)_4\text{NOH}] = 0,1 \text{ mol/l}$ dans un mélange de propanol-2 et de méthanol avec neuf volumes de propanol-2 pour obtenir une concentration finale de $c(\text{C}_{16}\text{H}_{37}\text{NO}) = 0,01 \text{ mol/l}$.

La concentration de la solution d'hydroxyde de tétra-*n*-butylammonium peut changer en cours de stockage et lors du transfert dans la burette. Pour ces raisons, déterminer la concentration réelle de la solution avec quatre décimales avant utilisation, par titrage par rapport à une solution étalon d'hydrogénophthalate de potassium (3.5), en utilisant la solution de bleu de thymol (3.3) comme indicateur.

Si la burette est munie d'un dispositif permettant d'exclure toute pénétration de dioxyde de carbone, la concentration reste stable pendant 1 mois.

3.7 Matière grasse témoin et matière grasse de référence.

3.7.1 Matière grasse témoin.

Faire fondre de la matière grasse laitière anhydre (par exemple 1 000 g), ayant un niveau d'acidité compris entre 0,5 mmol/100 g et 1,0 mmol/100 g de matière grasse. Diviser l'échantillon de matière grasse laitière anhydre fondu en sous-échantillons (par exemple de 5 g chacun).

Si les sous-échantillons de matière grasse témoin sont conservés au congélateur à -20 °C ou moins, ils peuvent être conservés pendant au moins 2 ans.

Les échantillons de matière grasse témoin peuvent être utilisés pour vérifier la reproductibilité des résultats obtenus par le mode opératoire de titrage (7.2), soit pendant une seule séance de travail, soit lors de plusieurs séances de travail sur une longue durée (de plusieurs mois à plusieurs années).

2) Triton X-100 est un exemple de produit approprié disponible sur le marché. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs du présent document et ne signifie nullement que l'ISO ou la FIL approuvent ou recommandent l'emploi exclusif du produit ainsi désigné.

3.7.2 Matière grasse de référence. Les échantillons de matière grasse de référence sont composés de matière grasse laitière de faible acidité (matière grasse de base) supplémentée avec des quantités croissantes d'acide palmitique (C₁₆), à une concentration comprise entre 0,5 mmol/100 g et 1,5 mmol/100 g de matière grasse.

L'exactitude du mode opératoire de titrage peut être vérifiée à l'aide de l'Équation (1) de régression:

$$b(C_{16}) = \alpha + \beta \Delta b \quad (1)$$

où

$b(C_{16})$ est la quantité d'acide palmitique, exprimée en mmol par 100 g de matière grasse, ajoutée à la matière grasse de base;

Δb est la valeur BDI des échantillons supplémentés diminuée de la valeur BDI de la matière grasse de base (témoin).

L'Annexe C décrit la préparation de ces échantillons de matière grasse de référence et donne des lignes directrices concernant leur utilisation.

4 Appareillage

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

4.1 Pipettes graduées ou **seringues**, ayant une capacité de 10 ml, 25 ml et 50 ml.

4.2 Tubes d'extraction de la matière grasse, constitués d'une chambre surmontée par une tige étroite visant à recueillir la petite quantité de matière grasse extraite du mélange réactif. Le diamètre de la tige doit être suffisant pour permettre l'utilisation de la seringue calibrée (4.5) en vue de prélever un échantillon de matière grasse. Des modèles de tubes d'extraction de la matière grasse sont représentés à l'Annexe A. Il est également possible d'utiliser des butyromètres conformes à l'ISO 3432|FIL 221^[3].

NOTE La séparation de la matière grasse est améliorée par une centrifugation, notamment dans les tubes à tige étroite.

4.3 Bain d'eau, permettant de maintenir une température de 45 °C ± 1 °C.

4.4 Bain d'eau bouillante, permettant de maintenir une température supérieure ou égale à 95 °C.

4.5 Seringue calibrée, ajustable et pouvant délivrer une quantité connue de matière grasse laitière d'environ 0,25 g à 45 °C, avec une précision de 2 mg.

NOTE L'expérience montre que le transfert d'une quantité de matière grasse peut se faire avec exactitude et facilement à l'aide d'une pipette à déplacement positif.

4.6 Récipient de titrage, de capacité comprise entre 10 ml et 100 ml selon le volume des échantillons pour essai à titrer pendant une opération de titrage, pourvu d'un dispositif d'agitation.

4.7 Microburette, graduée en divisions d'au moins 0,002 ml.

4.8 Alimentation en azote, exempte de dioxyde de carbone.

4.9 Flacon laveur, contenant de l'éther de pétrole ayant un intervalle d'ébullition compris entre 60 °C et 80 °C, relié à l'alimentation en azote (4.8) et au récipient de titrage (4.6).

4.10 Colorimètre, équipé d'une sonde optique permettant d'effectuer des mesurages à une longueur d'onde comprise entre 600 nm et 620 nm, pouvant être raccordé au récipient de titrage (4.6).

4.11 Fioles jaugées à un trait, de 100 ml à 500 ml de capacité, ISO 1042^[2], classe A.

NOTE 1 Le récipient de titrage (4.6), la microburette (4.7) destinée à délivrer la solution titrante non aqueuse d'hydroxyde de tétra-*n*-butylammonium (3.6), l'alimentation en azote (4.8) passant à travers un flacon laveur (4.9) et la sonde optique reliée au colorimètre (4.10) sont assemblés de façon à former un dispositif type (voir l'Annexe B) pour réaliser le titrage consécutif de plusieurs échantillons, dans un même volume de solvant de matière grasse.

NOTE 2 Un dispositif plus simple permettant d'effectuer un titrage manuel et de déterminer visuellement le point final de titrage peut être assemblé sans sonde optique.

5 Échantillonnage

L'échantillonnage ne fait pas partie de la méthode spécifiée dans la présente Spécification technique. Une méthode d'échantillonnage recommandée est indiquée dans l'ISO 707|FIL 50^[1].

Il est important que le laboratoire reçoive un échantillon représentatif, n'ayant été ni endommagé, ni modifié pendant le transport ou le stockage.

6 Préparation des échantillons pour essai

6.1 Stockage et conservation

Les échantillons pour essai de lait ou de crème doivent avoir été stockés et transportés entre 0 °C et 4 °C (la poudre de lait peut être stockée à température ambiante) et ils doivent être analysés dans les 36 h.

Pour un stockage prolongé ou un stockage au réfrigérateur à environ 5 °C, il est recommandé de conserver les échantillons pour essai au moyen de peroxyde d'hydrogène à une concentration finale de 0,2 g/l de H₂O₂. Dans ce cas, les échantillons peuvent être stockés pendant 4 jours.

6.2 Prétraitement de l'échantillon pour essai

6.2.1 Échantillon de lait

Mélanger doucement en retournant plusieurs fois le récipient contenant l'échantillon pour essai sans augmenter la température de ce dernier.

6.2.2 Échantillon de crème

Diluer l'échantillon de crème en utilisant de l'eau ou le lait écrémé correspondant de façon à obtenir une fraction massique de matière grasse comprise entre 4 % et 6 %.

Le fait de diluer la crème avec de l'eau engendre une sous-estimation du niveau d'acide gras libre (AGL) comparé à celui du lait d'origine. Dans ces cas, utiliser un programme de correction afin d'obtenir des résultats exacts (voir Référence [8]).

6.2.3 Échantillon de poudre de lait

Dissoudre environ 13 g de poudre de lait dans une fiole jaugée à un trait de 100 ml (4.11). Ajouter 60 ml d'eau et mélanger avec un mélangeur à température ambiante pendant 70 min. Compléter à 100 ml avec de l'eau, puis mélanger.

7 Mode opératoire

7.1 Séparation de la matière grasse

Mélanger 3,5 parties ($\pm 3\%$) de l'échantillon pour essai (lait, crème diluée ou poudre de lait reconstituée) (6.2) à 1 partie ($\pm 1,5\%$) du réactif BDI (3.2) dans le tube utilisé pour séparer la matière grasse, en utilisant les quantités suivantes:

- en cas d'utilisation d'un tube de MONED (4.2), mélanger 31 ml \pm 1 ml de l'échantillon pour essai (6.2) et 8,9 ml \pm 0,1 ml du réactif BDI (3.2);
- en cas d'utilisation d'un butyromètre de Van Gulik (4.2), mélanger 16,0 ml \pm 0,5 ml de l'échantillon pour essai (6.2) et 4,5 ml \pm 0,1 ml du réactif BDI (3.2);
- si l'on utilise d'autres tubes, mélanger des fractions volumiques de l'échantillon pour essai (6.2) et le réactif BDI dans la proportion 3,5 + 1 en utilisant des volumes tels qu'il se forme une colonne de matière grasse dans la tige du tube d'extraction (4.2).

Immédiatement après remplissage, boucher le tube d'extraction de la matière grasse et mélanger son contenu.

Si l'échantillon pour essai est du lait cru, mélanger doucement en retournant le tube plusieurs fois. Pour les échantillons de lait traité thermiquement ou de lait reconstitué à partir de poudre de lait, agiter plus vigoureusement pour obtenir une séparation satisfaisante de la matière grasse.

Dès que possible mais sans dépasser les 5 min, placer le tube dans le bain d'eau bouillante (4.4) maintenu à une température supérieure ou égale à 95 °C et l'y laisser pendant 15 min. Veiller à ce que la température du bain d'eau reste supérieure à 95 °C et son niveau d'eau au-dessus du niveau supérieur du contenu du tube.

Pour les tubes à tige étroite et pour les échantillons de lait autres que le lait cru, il peut s'avérer nécessaire de centrifuger les tubes de façon à obtenir une meilleure séparation de la matière grasse.

En cas de séparation inadéquate de la matière grasse, mettre les tubes au réfrigérateur pour solidifier la matière grasse. Après réchauffage dans le bain d'eau bouillante, la séparation de la matière grasse se fait plus facilement. Dans tous les cas, la matière grasse doit être limpide et exempte de particules.

Une fois l'extraction de la matière grasse terminée, placer le tube dans le bain d'eau (4.3) à 45 °C. S'assurer que le niveau d'eau reste au-dessus du niveau supérieur du contenu du tube.

7.2 Titrage

Effectuer le titrage dans le récipient de titrage (4.6) sous une atmosphère exempte de dioxyde de carbone. Raccorder le récipient de titrage à l'alimentation en azote (4.8) en aval du flacon laveur (4.9). Remplir régulièrement le flacon laveur pour compenser l'évaporation de l'éther de pétrole.

Transférer un volume approprié de solvant de matière grasse (3.4) et 0,25 g de matière grasse témoin (3.7.1) dans le récipient de titrage (4.6) débarrassé du dioxyde de carbone par balayage d'azote (4.8).

Contrôler le réglage de la longueur d'onde du colorimètre. Ajuster l'échelle du colorimètre à 0 % (obscurité) et à 100 % de transmission (solvant de matière grasse avec échantillon de matière grasse).

Ajuster le point final de titrage à 70 % sur l'échelle de transmission. Neutraliser le solvant de matière grasse avec la solution d'hydroxyde de tétra-*n*-butylammonium (3.6).

À l'aide de la seringue calibrée (4.5), ajouter une quantité connue d'environ 0,25 g de matière grasse témoin et titrer. Toujours répéter l'opération cinq fois de façon à satisfaire aux exigences relatives à la répétabilité (9.2).