

ISO

ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

TC 34

RECOMMANDATION ISO R 1211

LAIT

DÉTERMINATION DE LA TENEUR EN MATIÈRES GRASSES
(MÉTHODE DE RÉFÉRENCE)

1^{ère} ÉDITION

Novembre 1970

REPRODUCTION INTERDITE

Le droit de reproduction des Recommandations ISO et des Normes ISO est la propriété des Comités Membres de l'ISO. En conséquence, dans chaque pays, la reproduction de ces documents ne peut être autorisée que par l'organisation nationale de normalisation de ce pays, membre de l'ISO.

Seules les normes nationales sont valables dans leurs pays respectifs.

Imprimé en Suisse

Ce document est également édité en anglais et en russe. Il peut être obtenu auprès des organisations nationales de normalisation.

HISTORIQUE

La Recommandation ISO/R 1211, *Lait – Détermination de la teneur en matières grasses (Méthode de référence)*, a été élaborée par le Comité Technique ISO/TC 34, *Produits agricoles alimentaires*, dont le Secrétariat est assuré par le Magyar Szabványügyi Hivatal (MSZH).

Les travaux relatifs à cette question aboutirent à l'adoption du Projet de Recommandation ISO N° 1211 qui fut soumis, en avril 1967, à l'enquête de tous les Comités Membres de l'ISO. Il fut approuvé, sous réserve de quelques modifications d'ordre rédactionnel, par les Comités Membres suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	Inde	R.A.U.
Argentine	Iran	Roumanie
Australie	Irak	Royaume-Uni
Belgique	Irlande	Suisse
Brésil	Israël	Tchécoslovaquie
Bulgarie	Italie	Thaïlande
Colombie	Norvège	Turquie
Corée, Rép. de	Nouvelle-Zélande	U.R.S.S.
France	Pays-Bas	Yougoslavie
Grèce	Pologne	
Hongrie	Portugal	

Aucun Comité Membre ne se déclara opposé à l'approbation du Projet.

Ce Projet de Recommandation ISO fut alors soumis par correspondance au Conseil de l'ISO, qui décida de l'accepter comme RECOMMANDATION ISO.

NOTE. – Cette Recommandation ISO a été élaborée conjointement avec la FIL (Fédération Internationale de Laiterie) et l'AOAC (Association des Chimistes Analytiques Officiels, U.S.A.) dans le but de l'introduire dans le Code de Principes FAO/OMS concernant le lait et les produits laitiers et les normes connexes.

Le texte approuvé par les organisations mentionnées ci-dessus a été également publié par la FAO/OMS (Code de Principes, Norme N° B-6), par la FIL (Norme FIL 1A) et par l'AOAC (Official Methods of Analysis, 11^{ème} Edition, 16.052).

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO/R 1211:1970

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6c37338b-66f1-4d30-837e-15ae68e5da3d/iso-r-1211-1970>

Recommandation ISO

R 1211

Novembre 1970

LAIT —
|||
DÉTERMINATION DE LA TENEUR EN MATIÈRES GRASSES
|||
(MÉTHODE DE RÉFÉRENCE)
|||

1. OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION**1.1 Objet**

La présente Recommandation ISO décrit une méthode de référence pour la détermination de la teneur en matière grasse du lait.

1.2 Domaine d'application

La méthode est applicable au lait en nature, au lait liquide ayant subi un traitement, au lait partiellement écrémé et au lait écrémé.

2. DÉFINITION

On entend par *matière grasse* du lait les substances extraites selon la technique décrite.

La teneur en matière grasse est exprimée en pourcentage en masse.

3. PRINCIPE

Extraction de la matière grasse d'une solution ammoniac-éthanolique de lait avec de l'oxyde diéthylique et de l'éther de pétrole, évaporation des solvants et pesée du résidu (méthode dite de Röse-Gottlieb).

4. RÉACTIFS

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique et ne doivent pas laisser de résidu plus important que celui prévu pour l'essai à blanc (voir paragraphe 7.2). Si nécessaire, les solvants peuvent être distillés à nouveau en présence d'environ 1 g de graisse de beurre pour 100 ml de solvant. L'eau distillée doit être de l'eau distillée ou de l'eau de pureté au moins équivalente.

- 4.1 *Hydroxyde d'ammonium*, solution à environ 25 % (m/m) de NH_3 (ρ_{20} environ 0,91 g/ml) ou solution plus concentrée de concentration connue.
- 4.2 *Ethanol*, 94 à 97 % (V/V) ou, à défaut, éthanol dénaturé avec du méthanol, de l'éthyl-méthyl-cétone, du benzène ou de l'éther de pétrole.
- 4.3 *Oxyde diéthylique*, exempt de peroxydes.

NOTES

1. Vérifier si l'oxyde diéthylique contient des peroxydes en ajoutant, à 10 ml d'oxyde diéthylique contenus dans une petite éprouvette munie d'un bouchon en verre, et préalablement rincée avec un peu d'oxyde diéthylique, 1 ml d'une solution à 10 % d'iodure de potassium récemment préparée. Agiter et laisser reposer pendant 1 minute. Il ne doit pas être constaté de coloration jaune dans l'une ou l'autre des deux couches.
2. L'oxyde diéthylique peut être rendu et maintenu exempt de peroxydes par addition de zinc humide en feuille immergé préalablement pendant 1 minute dans une solution acide diluée de sulfate de cuivre, puis lavé à l'eau. Pour 1 litre, utiliser environ 80 cm² de zinc en feuille, coupé en bandes assez longues pour atteindre au moins le milieu du récipient.
- 4.4 *Ether de pétrole*, distillant entre 30 et 60 °C.
- 4.5 *Mélange de solvants*, préparé peu de temps avant emploi par mélange de volumes égaux d'oxyde diéthylique (4.3) et d'éther de pétrole (4.4).

NOTE. — Lorsque l'utilisation de mélange de solvants est prescrite, il peut être remplacé par de l'oxyde diéthylique ou par de l'éther de pétrole.

5. APPAREILLAGE

- 5.1 *Balance analytique.*
- 5.2 *Appareil d'extraction* approprié, pourvu de bouchons en verre rodé, en liège de bonne qualité ou d'autres dispositifs de fermeture inaltérables par les solvants utilisés.
Traiter les bouchons en liège par épuisement avec de l'oxyde diéthylique, puis avec de l'éther de pétrole. Les bouchons ainsi traités doivent être maintenus pendant au moins 20 minutes dans de l'eau à 60 °C au minimum, puis refroidis dans l'eau afin d'en être imprégnés au moment de l'emploi.
- 5.3 *Fioles à fond plat et à paroi mince*, de 150 à 250 ml de capacité.
- 5.4 *Étuve*, bien ventilée et munie d'un dispositif de réglage par thermostat (température réglée à 102 ± 2 °C) ou
étuve à vide, température 70 à 75 °C, pression inférieure à 66 mbar (50 mmHg).
- 5.5 *Matières destinées à faciliter l'ébullition*, exemptes de matière grasse, non poreuses et non friables, par exemple : perles en verre ou morceaux de carbure de silicium.
NOTE. – L'emploi de ces matières est facultatif (voir paragraphe 7.3).
- 5.6 *Centrifugeuse* dans laquelle l'appareil d'extraction (5.2) peut être soumis à une rotation de 500 à 600 tr/min.

NOTES

1. L'emploi d'une centrifugeuse est facultatif (voir paragraphe 7.5.2).
2. Si l'on utilise une centrifugeuse non munie d'un moteur antidéflagrant, des étincelles peuvent se produire et il faut donc veiller tout particulièrement à éviter des explosions ou un risque d'incendie par suite de l'existence de vapeur de solvant en cas de rupture de l'appareil.

6. ÉCHANTILLONNAGE

Effectuer l'échantillonnage selon la méthode appropriée décrite dans la Recommandation ISO/R 707, *Lait et produits laitiers – Échantillonnage*.

7. MODE OPÉRATOIRE

7.1 Préparation de l'échantillon

Porter l'échantillon à une température de 20 °C. Mélanger complètement pour obtenir une répartition homogène de la matière grasse dans l'échantillon. Ne pas l'agiter trop énergiquement pour éviter un moussage excessif du lait ou une séparation de la matière grasse.

Si on éprouve des difficultés à disperser la couche de crème, chauffer lentement jusqu'à une température comprise entre 35 et 40 °C, en mélangeant soigneusement et en prenant soin de réincorporer dans l'échantillon la crème pouvant adhérer aux parois du récipient. Refroidir l'échantillon rapidement jusqu'à la température ambiante. Si on le désire, on peut utiliser un homogénéisateur approprié pour obtenir une meilleure dispersion de la matière grasse.

Si la matière grasse liquide se sépare ou si l'on constate la présence de particules blanches distinctes, de forme irrégulière adhérant aux parois du récipient contenant l'échantillon, l'analyse ne peut pas donner de résultats corrects.

7.2 Essai à blanc

En même temps que la détermination de la teneur en matière grasse de l'échantillon, effectuer un essai à blanc avec 10 ml d'eau distillée en utilisant le même type d'appareil d'extraction, les mêmes réactifs dans les mêmes proportions et en suivant le même code opératoire que celui décrit aux paragraphes 7.3 et 7.5. Si la valeur fournie par l'essai à blanc dépasse 0,0005 g, il convient de vérifier les réactifs, et de remplacer ou de purifier celui ou ceux qui ne conviennent pas.

7.3 Préparation de la fiole

Sécher une fiole (5.3) après y avoir éventuellement déposé les matières (5.5) facilitant une ébullition modérée au cours de l'évaporation des solvants dans l'étuve (5.4) pendant 30 à 60 minutes. Laisser refroidir la fiole jusqu'à la température de la salle de la balance, puis la peser à 0,0001 g près.

7.4 Prise d'essai

Retourner trois ou quatre fois le flacon contenant l'échantillon préparé et peser immédiatement, à 0,001 g près, de 10 à 11 g de l'échantillon bien mélangé, soit directement, soit par différence dans l'appareil d'extraction (5.2).

7.5 Détermination

7.5.1 Ajouter à la prise d'essai 1,5 ml de la solution d'hydroxyde d'ammonium, 25 % (m/m), ou un volume équivalent d'une solution plus concentrée (4.1), et bien mélanger.

Ajouter 10 ml d'éthanol (4.2) et mélanger les liquides doucement mais complètement dans l'appareil maintenu ouvert.

7.5.2 Ajouter 25 ml d'oxyde diéthylique (4.3), fermer l'appareil avec un bouchon mouillé, l'agiter énergiquement et le retourner à plusieurs reprises pendant 1 minute. Refroidir au besoin l'appareil sous l'eau courante. Enlever le bouchon avec précaution et ajouter 25 ml d'éther de pétrole (4.4), en utilisant les premiers millilitres pour rincer le bouchon et l'intérieur du col de l'appareil et en laissant les liquides de rinçage couler dans l'appareil.

Fermer l'appareil en remplaçant le bouchon, agiter et retourner l'appareil à plusieurs reprises pendant 30 secondes. Si l'on ne prévoit pas de centrifugation, ne pas agiter trop énergiquement. Laisser l'appareil au repos jusqu'à ce que la couche liquide supérieure devienne limpide et soit distinctement séparée de la couche aqueuse. La séparation peut également être effectuée en utilisant une centrifugeuse appropriée (5.6).

7.5.3 Enlever le bouchon et le rincer, ainsi que l'intérieur du col de l'appareil, avec quelques millilitres du mélange de solvants (4.5) et laisser les liquides de rinçage couler dans l'appareil. Transvaser avec soin, aussi complètement que possible, la couche supérieure dans la fiole par décantation ou à l'aide d'un siphon (voir paragraphes 7.3 et 9.1).

Rincer l'extérieur et l'intérieur du col de l'appareil ou les deux extrémités du siphon avec quelques millilitres du mélange de solvants. Laisser les liquides de rinçage de l'extérieur de l'appareil couler dans la fiole et ceux de l'intérieur du col ou du siphon, couler dans l'appareil d'extraction.

NOTE. - Dans le cas de l'utilisation d'un siphon, la couche liquide supérieure peut être transvasée dans la fiole sans agitation ultérieure et les opérations de rinçage et de transfert répétées.

7.5.4 Procéder à une deuxième extraction en répétant les opérations décrites aux paragraphes 7.5.2 et 7.5.3 (rinçages compris), mais en utilisant seulement 15 ml d'oxyde de diéthylique et 15 ml d'éther de pétrole.

7.5.5 Effectuer une troisième extraction en procédant comme pour la seconde extraction (voir paragraphe 7.5.4) mais en omettant les rinçages finals (voir note 9.2).

7.5.6 Chasser avec soin, par évaporation ou distillation, le maximum de solvant (y compris l'éthanol). Si la fiole est de petite capacité, il faut éliminer un peu de solvant de la manière précitée après chaque extraction.

Quand il ne subsiste plus aucune odeur de solvant, chauffer la fiole, en position inclinée, pendant 1 heure dans l'étuve. Laisser la fiole refroidir jusqu'à la température de la salle de la balance comme précédemment (voir paragraphe 7.3) et peser à 0,0001 g près. Répéter les opérations de chauffage pendant des périodes de 30 à 60 minutes, ainsi que de refroidissement et de pesée jusqu'à ce que la masse ne diminue plus.

7.5.7 Ajouter 15 à 25 ml d'éther de pétrole pour vérifier si la matière extraite est entièrement soluble. Chauffer légèrement et agiter le solvant par un mouvement rotatoire jusqu'à ce que toute la matière grasse soit en solution.

7.5.7.1 Si la matière extraite est entièrement soluble dans l'éther de pétrole, la masse de la matière grasse est représentée par la différence entre la masse finale de la fiole contenant l'extrait et sa masse initiale (voir paragraphe 7.3).

7.5.7.2 Si la matière extraite n'est pas entièrement soluble dans l'éther de pétrole, ou en cas de doute, et toujours en cas de litige, extraire complètement la matière grasse contenue dans la fiole par des lavages répétés à l'éther de pétrole chaud, en laissant se déposer la matière non dissoute avant chaque décantation. Rincer trois fois l'extérieur du col de la fiole. Chauffer la fiole, en position inclinée, pendant 1 heure à l'étuve et la laisser refroidir jusqu'à la température de la salle de la balance comme précédemment (voir paragraphe 7.3) et peser à 0,0001 g près. La masse de la matière grasse est représentée par la différence entre la masse de la fiole contenant l'extrait total et cette masse finale.

7.5.8 Effectuer deux déterminations sur le même échantillon préparé.