
Norme internationale



1211

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION • МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ • ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

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

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

Première édition — 1984-11-15

iteh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 1211:1984](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/012ca2ae-2c52-44a6-81eb-6fab01baca13/iso-1211-1984)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/012ca2ae-2c52-44a6-81eb-6fab01baca13/iso-1211-1984>

CDU 637.12.043 : 543.85

Réf. n° : ISO 1211-1984 (F)

Descripteurs : produit agricole, produit laitier, lait, analyse chimique, dosage, corps gras, méthode gravimétrique.

Prix basé sur 8 pages

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 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.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes internationales par le Conseil de l'ISO. Les Normes internationales sont approuvées conformément aux procédures de l'ISO qui requièrent l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 1211 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits agricoles alimentaires*.

Elle annule et remplace la Recommandation ISO/R 1211-1970, dont elle constitue une révision technique.

NOTE — La méthode spécifiée dans la présente Norme internationale a été élaborée conjointement avec la FIL (Fédération internationale de laiterie) et l'AOAC (Association des chimistes analytiques officiels, USA). Le texte, approuvé par les organisations submentionnées, sera également publié par la FAO/OMS (Code des principes concernant le lait et les produits laitiers et les normes connexes), par la FIL et par l'AOAC (Official Methods of Analysis).

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

0 Introduction

La présente Norme internationale constitue une révision technique de l'ISO/R 1211. La tentative d'élaborer une seule Norme internationale portant sur l'application de la méthode Röse-Gottlieb à tous les produits laitiers ne s'est pas avérée jusqu'à présent réalisable. Il a donc été décidé de réviser et d'harmoniser les méthodes normalisées existant pour des produits particuliers ou des groupes de produits, et de normaliser les méthodes semblables pour les produits dont aucune méthode n'avait encore été normalisée.

Les principales modifications apportées à l'ISO/R 1211 sont :

- a) la préférence est donnée à l'utilisation de fioles type Mojonnier pour l'extraction de la matière grasse, et à l'emploi d'une centrifugeuse pour séparer les couches de solvant;
- b) addition d'éthanol avant la deuxième extraction;
- c) l'accent est placé sur la nécessité de refroidir le récipient pour la récupération de la matière grasse à la température ambiante, avant d'effectuer les pesées.

L'emploi de la centrifugeuse permet une séparation rapide et complète des couches de solvant et réduit au minimum le besoin de redissoudre la matière grasse extraite ou de répéter la détermination.

L'addition d'éthanol avant la deuxième extraction a été spécifiée pour réduire le risque de formation d'une couche aqueuse visqueuse ou gélifiée, spécialement dans le cas de produits contenant du sucre (par exemple lait concentré sucré, glaces de consommation et, par extension, lait en poudre). Il est apparu que cette addition améliore nettement la fidélité de la méthode, ainsi que pour le lait.

Il a été jugé nécessaire de refroidir le récipient pour la récupération de la matière grasse à la température ambiante avant la pesée, étant donné que des erreurs de l'ordre de 0,01 % de matière grasse par degré Celsius ont été rapportées pour le lait liquide. Par conséquent, l'emploi d'un dessiccateur n'est pas recommandé. Dans une certaine mesure, l'utilisation d'un récipient de contrôle vide compensera ces erreurs. Cependant, il ressort que l'emploi d'un tel récipient, en même temps que l'essai à blanc sur 10 ml d'eau réalisé avec la détermination, est compliqué, et n'apporte aucune amélioration dans la fidélité.

Un récipient de contrôle vide est cependant nécessaire et, par conséquent, est recommandé lorsque l'essai à blanc est exécuté pour contrôler les réactifs, de façon à éviter une fausse appréciation de la présence ou de l'absence des matières non volatiles.

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie la méthode de référence pour la détermination de la teneur en matière grasse du lait liquide, cru ou ayant subi un traitement, du lait partiellement écrémé et du lait écrémé dans lequel aucune séparation appréciable de la matière grasse n'apparaît (voir la note en 8.1).

NOTE — Quand une plus grande précision est demandée pour le lait écrémé, par exemple pour connaître l'efficacité de l'opération d'écrémage, il convient d'utiliser la méthode spéciale pour les produits écrémés, spécifiée dans l'ISO 7208, *Lait écrémé, sérum et babeurre — Détermination de la teneur en matière grasse — Méthode gravimétrique (Méthode de référence)*.

2 Références

ISO 707, *Lait et produits laitiers — Méthode d'échantillonnage*.

ISO 3889, *Lait et produits laitiers — Détermination de la teneur en matière grasse — Fioles d'extraction, type Mojonnier*.

3 Définition

teneur en matière grasse du lait : Toutes les substances déterminées par la méthode spécifiée dans la présente Norme internationale.

Elle est exprimée en pourcentage en masse.

4 Principe

Extraction d'une solution ammoniac-éthanolique d'une prise d'essai au moyen d'oxyde diéthylique et d'éther de pétrole, élimination des solvants par distillation ou évaporation, puis détermination de la masse des substances extraites qui sont solubles dans l'éther de pétrole. (Méthode habituellement dite Röse-Gottlieb.)

5 Réactifs

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique reconnue et ne doivent pas laisser de résidu appréciable lorsque la détermination est effectuée selon la méthode spécifiée. L'eau utilisée doit être de l'eau distillée ou de l'eau de pureté au moins équivalente.

Pour vérifier la qualité des réactifs, effectuer un essai à blanc comme spécifié en 8.3. Pour les contrôles de masse, utiliser un récipient de récupération de la matière grasse vide, préparé comme spécifié en 8.4. Les réactifs ne doivent pas laisser de résidus supérieurs à 0,5 mg (voir 10.1).

Si les résidus des réactifs de l'essai à blanc complet sont supérieurs à 0,5 mg, déterminer les résidus des solvants séparément en distillant respectivement 100 ml d'oxyde diéthylique et d'éther de pétrole. Utiliser un récipient de contrôle vide pour obtenir la masse réelle de résidus qui ne doit pas être supérieure à 0,5 mg.

Remplacer les réactifs ou solvants non satisfaisants, ou redistiller les solvants.

5.1 Hydroxyde d'ammonium, solution à environ 25 % (m/m) de NH_3 , $\rho_{20} \approx 910$ 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 8.5.1).

5.2 Éthanol, ou éthanol dénaturé par du méthanol, au moins 94 % (V/V).

(Voir 10.5.)

5.3 Solution de rouge-congo.

Dissoudre dans l'eau 1 g de rouge-congo et diluer à 100 ml.

NOTE — L'utilisation de cette solution, qui permet de mieux voir l'interface entre le solvant et la couche aqueuse, est facultative (voir 8.5.2). D'autres solutions aqueuses de colorants peuvent être utilisées pourvu qu'elles ne modifient pas le résultat de la détermination.

5.4 Oxyde diéthylique, exempt de peroxydes (voir 10.3) et ne contenant pas, ou contenant pas plus de 2 mg/kg d'antioxydants, et conforme aux spécifications de l'essai à blanc (voir chapitre 5 ainsi que 10.1 et 10.4).

5.5 Éther de pétrole, ayant un point d'ébullition entre 30 et 60 °C.

5.6 Mélange de solvants, préparé peu de temps avant l'emploi par mélange de volumes égaux d'oxyde diéthylique (5.4) et d'éther de pétrole (5.5).

6 Appareillage

AVERTISSEMENT — Étant donné que la détermination comprend l'utilisation de solvants volatils inflammables, l'appareillage électrique utilisé doit faire l'objet de spécifications en vue d'être conforme à la législation concernant les dangers d'utilisation de ces solvants.

Matériel courant de laboratoire, et notamment :

6.1 Balance analytique.

6.2 Centrifugeuse, dans laquelle les fioles ou les tubes (6.6) d'extraction peuvent être soumis à une rotation avec fréquence de 500 à 600 min^{-1} , afin de produire un champ de gravitation de 80 à 90 g à l'extrémité extérieure des fioles ou des tubes.

NOTE — L'utilisation d'une centrifugeuse est facultative mais recommandée (voir 8.5.5).

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 8.5.12) à une température n'excédant pas 100 °C.

6.4 Étuve à dessiccation, à chauffage électrique, munie d'ouies de ventilation complètement ouvertes, réglable à une température de 102 ± 2 °C dans l'espace utilisé. L'étuve doit être munie d'un thermomètre approprié.

6.5 Bain d'eau, réglable à une température de 35 à 40 °C.

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

NOTE — On peut également utiliser des tubes d'extraction de la matière grasse munis de siphon ou de dispositif de lavage, mais le mode opératoire est alors différent et est décrit en annexe.

Les fioles (ou les tubes, voir la note) doivent être munis de bouchons en liège de bonne qualité, ou en une autre matière (par exemple, caoutchouc siliconé) 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 (voir 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 capacité 125 à 250 ml, fioles coniques de capacité 250 ml ou capsules métalliques. Lorsqu'on utilise des capsules métalliques, elles doivent être de préférence en acier inoxydable, à fond plat, avec un bec et doivent avoir un diamètre de 80 à 100 mm, avec 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 dans le cas des capsules métalliques).

6.11 Éprouvettes graduées, de 5 et 25 ml de capacité.

6.12 Pipettes graduées, de 10 ml de capacité.

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

7 Échantillonnage

Voir ISO 707.

Tous les échantillons pour laboratoire doivent être conservés à une température de 3 à 5 °C à partir du moment de l'échantillonnage jusqu'au début du mode opératoire.

8 Mode opératoire

NOTE — Un autre mode opératoire utilisant les 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.

8.1 Préparation de l'échantillon pour essai

Amener la température de l'échantillon pour laboratoire (chapitre 7) à 35 à 40 °C, en utilisant le bain d'eau (6.5), si nécessaire. Bien mélanger l'échantillon, mais doucement, au moyen de retournements répétés du récipient, sans causer de mousse ou de barattage, et refroidir rapidement à environ 20 °C. Le lait baratté ne doit pas être refroidi, car il doit être pesé à 30 à 40 °C (voir 8.2).

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

- si le lait est baratté;
- quand une odeur distincte d'acides gras libres est perceptible;
- 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 des gouttelettes de matière grasse à la surface de l'échantillon.

8.2 Prise d'essai

Mélanger l'échantillon pour essai (8.1) en retournant doucement le récipient trois ou quatre fois et peser immédiatement à 1 mg près, dans une fiole d'extraction (6.6), directement ou par différence, 10 à 11 g de l'échantillon pour essai.

La prise d'essai doit être placée aussi complètement que possible dans le bulbe inférieur (étroit) de la fiole d'extraction.

8.3 Essai à blanc

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 par 10 ml d'eau (voir 10.2).

8.4 Préparation du récipient pour la récupération de la matière grasse

Sécher un récipient (6.9) avec quelques régularisateurs d'ébullition (6.10) à l'étuve (6.4) pendant 1 h. (Voir note 1.)

Laisser refroidir le récipient (à l'abri de la poussière) à la température de la salle des balances (récipients en verre pendant au moins 1 h, capsules métalliques pendant au moins 0,5 h). (Voir note 2.)

À l'aide de pinces (pour éviter, en particulier, des changements de température), placer le récipient sur la balance et peser à 0,1 mg près.

NOTES

1 Les régularisateurs d'ébullition sont nécessaires pour permettre une ébullition modérée au cours de l'élimination ultérieure du solvant, notamment dans le cas de récipients en verre; leur utilisation est facultative dans le cas de capsules métalliques.

2 Le récipient ne doit pas être placé dans un dessiccateur, pour éviter un refroidissement insuffisant ou des périodes de refroidissement exagérément prolongées.

8.5 Détermination

8.5.1 Ajouter 2 ml de solution d'hydroxyde d'ammonium (5.1) ou un volume équivalent d'une solution plus concentrée (voir la note en 5.1) et mélanger vigoureusement avec la prise d'essai dans le bulbe étroit de la fiole. Après addition de l'hydroxyde d'ammonium, effectuer la détermination sans attendre.

8.5.2 Ajouter 10 ml d'éthanol (5.2) et mélanger doucement et soigneusement 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 on le désire, 2 gouttes de solution de rouge-congo (5.3).

8.5.3 Ajouter 25 ml d'oxyde diéthylique (5.4), boucher la fiole avec un bouchon en liège (voir 6.6) saturé d'eau, ou avec un bouchon d'une autre matière (voir 6.6) mouillé avec de l'eau, et agiter la fiole vigoureusement mais sans excès (de façon à éviter la formation d'émulsions persistantes), pendant 1 min 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. Si nécessaire, refroidir la fiole à l'eau courante, puis retirer avec précaution le bouchon en liège ou le dispositif de fermeture et le rincer ainsi que le col de la fiole avec une petite quantité de mélange de solvants (5.6), en se servant d'un flacon de lavage (6.8), de façon que les liquides de rinçage coulent dans la fiole.

8.5.4 Ajouter 25 ml d'éther de pétrole (5.5), boucher la fiole avec le bouchon en liège réhumidifié, ou l'autre bouchon (réhumidifié en le trempant dans l'eau), et agiter doucement la fiole pendant 30 s comme décrit en 8.5.3.

8.5.5 Centrifuger la fiole bouchée pendant 1 à 5 min à une fréquence de rotation de 500 à 600 min⁻¹. Si l'on ne dispose pas de centrifugeuse, laisser la fiole bouchée reposer sur le support (6.7) pendant au moins 30 min, jusqu'à ce que la couche surnageante soit claire et nettement séparée de la couche aqueuse. Si nécessaire, refroidir la fiole à l'eau courante.

8.5.6 Enlever avec précaution le bouchon en liège ou le dispositif de fermeture et le rincer ainsi que l'intérieur du col de la fiole avec un peu de mélange de solvants, de façon que les liquides de rinçage coulent dans la fiole.

Si l'interface se situe au-dessous du fond du col de la fiole, le faire monter à ce niveau en ajoutant doucement de l'eau par le côté de la fiole (voir figure 1), afin de permettre la décantation du solvant.

NOTE — Dans ces figures 1 et 2, il a été choisi l'un de ces trois types de flacons, comme spécifié dans l'ISO 3889, mais aucune préférence n'est donnée à ce type.

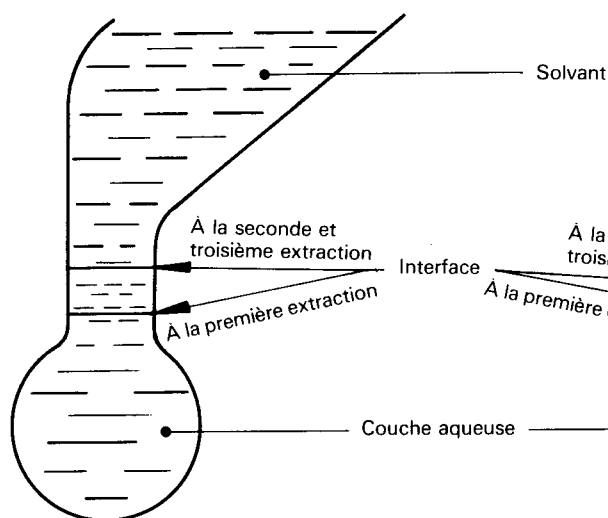


Figure 1 — Avant décantation
(8.5.6, 8.5.10, 8.5.11)

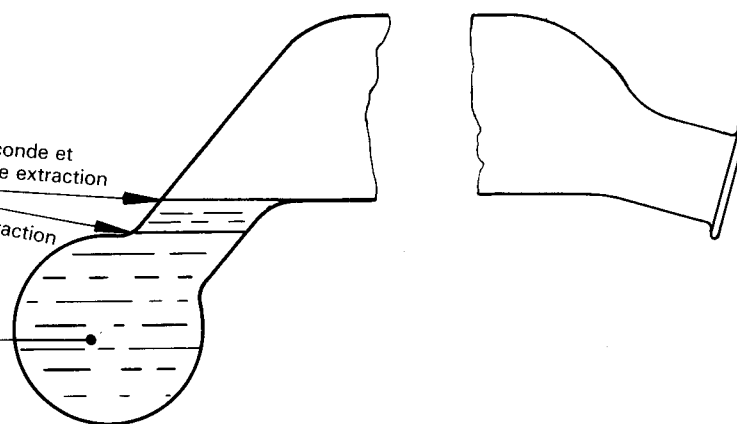


Figure 2 — Après décantation
(8.5.7, 8.5.10, 8.5.11)

8.5.7 En tenant la fiole d'extraction par le bulbe étroit, décantier avec soin le plus possible de la couche surnageante dans le récipient préparé, destiné à la récupération de la matière grasse (voir 8.4), contenant quelques régularisateurs d'ébullition (6.10) dans le cas des fioles (facultatif avec les capsules métalliques), en évitant de décanter une partie quelconque de la couche aqueuse (voir figure 2).

Si nécessaire, faire monter l'interface au milieu du col de la fiole d'extraction (voir figure 1) pour permettre à la décantation finale des solvants d'être aussi complète que possible (voir figure 2).

NOTE — La troisième extraction ne devrait pas être effectuée dans le cas du lait ayant une teneur en matière grasse inférieure à 0,5 % (m/m).

8.5.8 Rincer l'extérieur du col de la fiole d'extraction avec un peu de mélange de solvants, en recueillant les liquides de rinçage dans le récipient pour la récupération de la matière grasse et en prenant soin que le mélange de solvants ne soit pas projeté sur l'extérieur de la fiole d'extraction.

8.5.12 Éliminer les solvants (éthanol compris) aussi complètement que possible de la fiole, par distillation, ou du bécher ou de la capsule, par évaporation (voir 6.3), en rinçant l'intérieur du col de la fiole avec un peu de mélange de solvants (5.6) avant de commencer la distillation.

Si on le désire, le solvant peut être éliminé totalement ou partiellement du récipient par distillation ou évaporation comme décrit en 8.5.12.

8.5.9 Ajouter 5 ml d'éthanol (5.2) au contenu de la fiole d'extraction en se servant de l'éthanol pour rincer l'intérieur du col de la fiole et mélanger comme décrit en 8.5.2.

8.5.10 Effectuer une seconde extraction en recommençant les opérations décrites de 8.5.3 à 8.5.7 inclus, mais en utilisant seulement 15 ml d'oxyde diéthylique (5.4) et 15 ml d'éther de pétrole (5.5); utiliser l'oxyde diéthylique pour rincer l'intérieur du col de la fiole d'extraction.

Si nécessaire, faire monter l'interface au milieu de la colonne de la fiole (voir figure 1) pour permettre à la décantation finale des solvants d'être aussi complète que possible (voir figure 2).

8.5.11 Effectuer une troisième extraction, sans addition d'éthanol, en répétant de nouveau les opérations décrites de 8.5.3 à 8.5.7 inclus, mais en utilisant seulement 15 ml d'oxyde diéthylique (5.4) et 15 ml d'éther de pétrole (5.5); utiliser l'oxyde diéthylique pour rincer l'intérieur du col de la fiole d'extraction.

8.5.13 Chauffer le récipient pour la récupération de la matière grasse (fiole placée en position inclinée afin de permettre aux vapeurs de solvants de s'échapper) durant 1 h dans l'étuve à dessiccation (6.4) réglée à 102 ± 2 °C. Enlever le récipient pour la récupération de la matière grasse de l'étuve, laisser refroidir (pas dans un dessiccateur, mais protégé de la poussière) à la température de la salle des balances (récipient en verre pendant au moins 1 h, capsule métallique pendant au moins 0,5 h) et peser à 0,1 mg près.

Ne pas essuyer le récipient juste avant la pesée. Placer le récipient sur la balance au moyen d'une paire de pinces (pour éviter, en particulier, les variations de température).

8.5.14 Répéter les opérations décrites en 8.5.13, jusqu'à ce que la masse du récipient d'extraction de la matière grasse diminue de 0,5 mg ou moins, ou augmente, entre deux pesées successives. Noter la masse minimale comme étant la masse du récipient d'extraction de la matière grasse et de la matière extraite.

8.5.15 Ajouter 25 ml d'éther de pétrole au récipient d'extraction de la matière grasse de façon à vérifier si oui ou non la matière extraite est entièrement soluble. Chauffer doucement et agiter le solvant par un mouvement rotatoire, jusqu'à ce que toute la matière grasse soit en solution.

Si la matière extraite est entièrement soluble dans l'éther de pétrole, prendre la masse de la matière grasse comme la différence entre la masse finale de la fiole contenant l'extrait (voir 8.5.15) et sa masse initiale (voir 8.4).

8.5.16 Si la matière extraite n'est pas entièrement soluble dans l'éther de pétrole, ou en cas de doute et toujours à des fins réglementaires ou en cas de litige, extraire complètement la matière grasse du récipient par des lavages répétés avec de l'éther de pétrole chaud.

Laisser déposer les matières insolubles et décanter soigneusement l'éther de pétrole sans enlever les matières insolubles. Répéter cette opération encore trois fois, en utilisant l'éther de pétrole pour rincer l'intérieur du col du récipient.

Enfin, rincer l'extérieur du col du récipient avec un mélange de solvants de sorte que le solvant ne soit pas projeté à l'extérieur du récipient. Chasser les vapeurs d'éther de pétrole en chauffant le récipient dans l'étuve (6.4) réglée à 102 ± 2 °C, durant 1 h, laisser refroidir et peser comme décrit en 8.5.13 et 8.5.14.

Prendre la masse de la matière grasse, comme la différence entre la masse déterminée en 8.5.14 et cette masse finale.

récipient pour la récupération de la matière grasse et du résidu insoluble, déterminée en 8.5.16.

Rapporter le résultat à 0,01 % (*m/m*) près.

9.2 Fidélité

NOTE — Les valeurs de répétabilité et de reproductibilité sont exprimées au niveau de probabilité de 95 % et ont été obtenues à partir d'essais interlaboratoires selon l'ISO 5725, *Fidélité des méthodes d'essai — Détermination de la répétabilité et de la reproductibilité par essais interlaboratoires*.

9.2.1 Répétabilité

La différence entre deux résultats distincts, obtenus sur un produit soumis au même essai et réalisé par le même analyste, dans un court intervalle de temps, ne doit pas dépasser les valeurs suivantes :

— pour le lait cru et lait liquide ayant subi un traitement : 0,02 g de matière grasse pour 100 g de produit;

— pour le lait ayant une teneur en matière grasse de 0,5 à 2 % (*m/m*) : 0,02 g de matière grasse pour 100 g de produit;

— pour le lait ayant une teneur en matière grasse $\leq 0,5$ % (*m/m*) : 0,01 g de matière grasse pour 100 g de produit.

9 Expression des résultats

9.1 Mode de calcul et formule

La teneur en matière grasse, exprimée en pourcentage en masse, est égale à

$$\frac{(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)}{m_0} \times 100$$

où

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai (8.2);

m_1 est la masse, en grammes, du récipient pour la récupération de la matière grasse et de la matière extraite déterminée en 8.5.14;

m_2 est la masse, en grammes, du récipient pour la récupération de la matière grasse (voir 8.4) ou, dans le cas des matières non dissoutes, du récipient pour la récupération de la matière grasse et du résidu insoluble, déterminée en 8.5.16;

m_3 est la masse, en grammes, du récipient pour la récupération de la matière grasse utilisé pour l'essai à blanc (8.3) et de la matière extraite, déterminée en 8.5.14;

m_4 est la masse, en grammes, du récipient pour la récupération de la matière grasse (voir 8.4) utilisé pour l'essai à blanc (8.3) ou, dans le cas des matières non dissoutes, du

9.2.2 Reproductibilité

La différence entre deux résultats distincts et indépendants, obtenus par deux analystes travaillant dans des laboratoires différents sur un produit identique soumis au même essai, ne doit pas dépasser les valeurs suivantes :

— pour le lait cru et lait liquide ayant subi un traitement : 0,04 g de matière grasse pour 100 g de produit;

— pour le lait partiellement écrémé : 0,03 g de matière grasse pour 100 g de produit;

— pour le lait écrémé : 0,025 g de matière grasse pour 100 g de produit.

10 Notes sur le mode opératoire

10.1 Essai à blanc pour contrôler les réactifs

Dans cet essai à blanc, un récipient de contrôle de la masse doit être utilisé de façon que les changements des conditions atmosphériques de la salle des balances ou que les effets de la température du récipient de récupération de la matière grasse ne révèlent pas faussement la présence ou l'absence des matières non volatiles dans l'extrait des réactifs. Ce récipient doit être utilisé comme un contrepoids dans le cas d'une balance à plateaux. Par ailleurs, les écarts de la masse apparente ($m_3 - m_4$ dans la formule en 9.1) du récipient de contrôle doivent être retenus lors du contrôle de la masse du récipient de récupéra-

tion de la matière grasse utilisé pour l'essai à blanc. Par suite, le changement de masse apparente du récipient de récupération de la matière grasse, corrigé du changement apparent de masse du récipient de contrôle, ne doit pas être supérieur à 0,5 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 à nouveau les solvants en présence d'environ 1 g de matière grasse du beurre anhydre pour 100 ml de solvant. Utiliser les solvants juste après redistillation.

10.2 Essai à blanc effectué en même temps que la détermination

La valeur obtenue dans l'essai à blanc, effectué parallèlement à la détermination, permet de corriger la masse apparente des substances extraites à partir de la prise d'essai ($m_1 - m_2$) par rapport à la présence de matières non volatiles venant des réactifs et également des changements de conditions atmosphériques de la salle des balances et des différences de températures entre la fiole d'extraction de la matière grasse et la salle des balances, lors des deux pesées (8.5.14 et 8.4 ou 8.5.16).

Dans les conditions favorables (valeur faible dans l'essai à blanc sur les réactifs, température stable de la salle des balances, temps de refroidissement suffisant pour le récipient de matière grasse), la valeur sera généralement inférieure à 0,5 mg et pourra alors ne pas être prise en compte dans le calcul, dans le cas de déterminations de routine. On rencontre assez souvent des valeurs (positive et négative) légèrement supérieures jusqu'à 2,5 mg. Après correction de ces valeurs, les résultats seront toujours précis. Quand les corrections d'une valeur supérieure à 2,5 mg sont appliquées, il devra en être fait mention dans le procès-verbal d'essai (chapitre 11).

Si la valeur obtenue dans l'essai à blanc dépasse réellement 0,5 mg, les réactifs devront être contrôlés si cela n'a pas été fait récemment. Les réactifs impurs ou ayant des traces devront être remplacés ou purifiés (voir la note au chapitre 5 et en 10.1).

10.3 Contrôle pour vérifier la présence de peroxydes

Pour vérifier la présence de peroxydes, ajouter 1 ml d'une solution d'iodure de potassium à 100 g/l récemment préparée, à 10 ml d'oxyde diéthylique, dans une petite éprouvette munie d'un bouchon en verre, et préalablement rincée avec un peu d'oxyde diéthylique. Agiter et laisser reposer pendant 1 min. Il ne doit pas être constaté de coloration jaune dans l'une ou l'autre des deux couches.

D'autres méthodes peuvent être utilisées pour contrôler la présence de peroxydes.

Pour être sûr que l'oxyde diéthylique est exempt de peroxydes, et en reste exempt, traiter l'oxyde diéthylique comme ci-dessous au moins trois jours avant son utilisation.

Couper du zinc en feuille, en bandes pouvant atteindre au moins le milieu du récipient contenant l'oxyde diéthylique, en utilisant environ 80 cm² de feuille de zinc par litre d'oxyde diéthylique.

Avant utilisation, immerger totalement les bandes pendant 1 min dans une solution contenant 10 g de sulfate de cuivre(II) pentahydraté (CuSO₄·5H₂O) et 2 ml d'acide sulfurique concentré [98 % (m/m)] par litre. Laver doucement et avec soin les bandes à l'eau, introduire les bandes humides traitées au cuivre dans le récipient contenant l'oxyde diéthylique et laisser les bandes dans le récipient.

D'autres méthodes peuvent être utilisées pourvu qu'elles ne modifient pas le résultat de la détermination.

10.4 Oxyde diéthylique contenant des antioxydants

L'oxyde diéthylique contenant environ 1 mg d'antioxydants par kilogramme est disponible dans certains pays, en particulier pour des déterminations de matière grasse. Cette teneur n'exclut pas son emploi à titre de référence.

Dans d'autres pays, l'oxyde diéthylique pourra avoir des teneurs plus élevées en antioxydants, par exemple, jusqu'à 7 mg par kilogramme. Dans ce cas, il ne sera utilisé que pour des déterminations de routine, avec un essai à blanc obligatoire effectué simultanément avec les déterminations, afin de corriger les erreurs systématiques dues aux résidus d'antioxydants. S'il est employé à titre de référence, il devra toujours être distillé avant l'emploi.

10.5 Éthanol

L'éthanol dénaturé autrement peut être utilisé pourvu que cela n'affecte pas les résultats de la détermination.

11 Procès-verbal d'essai

Le procès-verbal d'essai doit indiquer la méthode utilisée et les résultats obtenus. Il doit, en outre, mentionner tous les détails opératoires non prévus dans la présente Norme internationale, ou facultatifs, ainsi que les incidents éventuels susceptibles d'avoir agi sur les résultats. La valeur de l'essai à blanc ($m_3 - m_4$; voir 9.1) doit être rapportée si elle dépasse 2,5 mg.

Le procès-verbal d'essai doit donner tous les renseignements nécessaires à l'identification complète de l'échantillon.

Annexe

Autre mode opératoire utilisant les tubes d'extraction de la matière grasse munis d'un siphon ou d'un dispositif de lavage (voir figure 3, à titre d'exemple)

A.0 Introduction

Si l'on emploie des tubes d'extraction de la matière grasse munis de siphon ou d'un dispositif de lavage, utiliser le mode opératoire spécifié dans la présente annexe.

A.1 Mode opératoire

A.1.1 Préparation de l'échantillon pour essai

Voir 8.1.

A.1.2 Prise d'essai

Procéder comme spécifié en 8.2 mais en utilisant les tubes d'extraction de la matière grasse (voir 6.6).

La prise d'essai doit être transférée aussi complètement que possible au fond du tube d'extraction.

A.1.3 Essai à blanc

Voir 8.3 et 10.2.

A.1.4 Préparation du récipient pour la récupération de la matière grasse

Voir 8.4.

A.1.5 Détermination

A.1.5.1 Ajouter 2 ml de solution d'hydroxyde d'ammonium (5.1), ou un volume équivalent d'une solution d'hydroxyde d'ammonium plus concentrée (voir note de 5.1), et mélanger parfaitement avec la prise d'essai prétraitée au fond du tube. Après addition d'hydroxyde d'ammonium, effectuer la détermination sans attendre.

A.1.5.2 Ajouter 10 ml d'éthanol (5.2) et mélanger doucement mais parfaitement au fond du tube. Ajouter, si on le désire, 2 gouttes de solution rouge-congo (5.3).

A.1.5.3 Ajouter 25 ml d'oxyde diéthylique (5.4), fermer le tube avec un bouchon en liège (voir 6.6) saturé d'eau, ou avec un bouchon d'une autre matière, mouillé avec de l'eau et agiter vigoureusement le tube, mais pas trop fort (afin d'éviter la formation d'émulsions persistantes) par des retournements répétés pendant 1 min. Si nécessaire, refroidir le tube à l'eau courante, retirer avec précaution le bouchon en liège ou le dispositif de fermeture et le rincer ainsi que le col du tube avec une petite quantité de mélange de solvants (5.6) en utilisant la fiole de lavage (6.8), de façon que les liquides de rinçage coulent dans le tube.

A.1.5.4 Ajouter 25 ml d'éther de pétrole (5.5), fermer le tube avec le bouchon en liège réhumidifié ou avec l'autre bouchon réhumidifié (en le trempant dans l'eau), et agiter soigneusement le tube pendant 30 s, comme décrit en A.1.5.3.

A.1.5.5 Centrifuger le tube fermé pendant 1 à 5 min à une fréquence de rotation de 500 à 600 min⁻¹. Si l'on ne dispose pas de centrifugeuse, laisser le tube bouché reposer sur le support (6.7) pendant au moins 30 min, jusqu'à ce que la couche surnageante soit claire et nettement séparée de la couche aqueuse. Si nécessaire, refroidir le tube à l'eau courante.

A.1.5.6 Retirer avec précaution le bouchon en liège ou le dispositif de fermeture et le rincer ainsi que le col du tube avec une petite quantité de mélange de solvants de façon que les liquides de rinçage coulent dans le tube.

A.1.5.7 Introduire un siphon ou un dispositif de lavage dans le tube et enfoncer la longue tubulure à l'intérieur jusqu'à ce que l'orifice soit à environ 4 mm au-dessus de l'interface des couches. La tubulure intérieure doit être parallèle à l'axe central du tube d'extraction.

Transvaser avec précaution la couche surnageante du tube dans le récipient pour la récupération de la matière grasse (voir 8.4) contenant les régularisateurs d'ébullition (6.10) dans le cas des fioles (facultatif avec les capsules métalliques), en évitant de décanter une partie quelconque de la couche aqueuse. Rincer l'orifice avec une petite quantité de mélange de solvants, en recueillant les liquides de rinçage dans le récipient pour la récupération de la matière grasse.

A.1.5.8 Desserrer le dispositif du col du tube, le soulever légèrement et rincer la partie inférieure de la longue tubulure interne avec un peu de mélange de solvants. Abaisser et réintroduire le dispositif et transvaser les liquides de rinçage dans le récipient de récupération de la matière grasse.

Rincer l'orifice externe du dispositif avec un peu de mélange de solvants et recueillir les liquides de rinçage dans le récipient. Si on le désire, le solvant ou une partie du solvant peut être enlevé du récipient, par distillation ou évaporation, comme décrit en 8.5.12.

A.1.5.9 Desserrer de nouveau le dispositif du col, soulever doucement ce dernier et ajouter 5 ml d'éthanol dans le tube, en utilisant l'éthanol pour rincer la longue tubulure interne; mélanger comme décrit en A.1.5.2.

A.1.5.10 Effectuer une seconde extraction en répétant les opérations décrites de A.1.5.3 à A.1.5.8, mais en utilisant seulement 15 ml d'oxyde diéthylique (5.4) et 15 ml d'éther de pétrole (5.5). Utiliser l'oxyde diéthylique pour rincer la longue tubulure interne pendant que l'on retire le dispositif du tube après l'extraction précédente.