
Norme internationale



1736

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

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

Dried milk — Determination of fat content (Reference method)

Première édition — 1981-03-15

CDU 637.127.6 : 543.85

Réf. n° : ISO 1736-1981 (F)

Descripteurs : produit agricole, produit laitier, lait, lait en poudre, analyse chimique, dosage, corps gras.

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 correspondant. 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.

La Norme internationale ISO 1736 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits agricoles alimentaires*.

Elle fut soumise directement au Conseil de l'ISO, conformément au paragraphe 5.10.1 de la partie 1 des Directives pour les travaux techniques de l'ISO. Elle annule et remplace la Recommandation ISO/R 1736-1970, qui avait été approuvée par les comités membres des pays suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	Grèce	Portugal
Allemagne, R. F.	Hongrie	Roumanie
Australie	Inde	Royaume-Uni
Autriche	Iran	Suède
Belgique	Israël	Suisse
Brésil	Nouvelle-Zélande	Tchécoslovaquie
Chili	Pays-Bas	Turquie
Égypte, Rép. arabe d'	Pérou	URSS
France	Pologne	

Aucun comité membre ne l'avait désapprouvée.

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) sur la base d'une norme FIL, 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 susmentionnées, a été également publié par la FAO/OMS (Code de principes, norme n° B-2), par la FIL (norme FIL n° 9A) et par l'AOAC [Official Methods of Analysis, 12^e édition (1975) 16.181].

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

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 sec.

La méthode est applicable au lait entier sec, au lait partiellement écrémé sec et au lait écrémé sec.

2 Référence

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

3 Définition

teneur en matière grasse du lait sec : Substances extraites selon la méthode spécifiée dans la présente Norme internationale et exprimées en pourcentage en masse.

4 Principe

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

5 Réactifs

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique reconnue. 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 utilisée doit être de l'eau distillée ou de l'eau de pureté au moins équivalente.

5.1 Hydroxyde d'ammonium, solution à environ 25 % (*m/m*), ρ_{20} environ 0,91 g/ml, ou solution de concentration plus forte connue.

5.2 Éthanol, 94 à 97 % (*V/V*), ou, à défaut, éthanol dénaturé avec du méthanol, de la butanone-2 ou de l'éther de pétrole.

5.3 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 d'iodure de potassium à 10 % préparée peu de temps avant emploi. Agiter et laisser reposer durant 1 min. On ne doit pas constater 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 complètement immergé préalablement durant 1 min 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 suffisamment longues pour atteindre au moins le milieu du récipient.

5.4 Éther de pétrole, dont l'intervalle de distillation est compris entre 30 et 60 °C.

5.5 Mélange de solvants.

Peu de temps avant emploi, mélanger des volumes égaux d'oxyde diéthylique (5.3) et d'éther de pétrole (5.4).

NOTE — Le mélange de solvants, là où son utilisation est prescrite, peut être remplacé par de l'oxyde diéthylique ou par de l'éther de pétrole.

6 Appareillage

Matériel courant de laboratoire non spécifié par ailleurs, et notamment :

6.1 Balance analytique.

6.2 Appareil d'extraction approprié, muni de bouchons en verre rodés ou en liège de bonne qualité, ou d'autres dispositifs de fermeture inaltérables par les solvants utilisés.

NOTE — Traiter les bouchons en liège par épuisement avec de l'oxyde diéthylique, puis avec de l'éther de pétrole, par maintien durant au moins 20 min dans de l'eau à 60 °C au minimum, et par refroidissement dans de l'eau afin qu'ils en soient saturés au moment de l'emploi.

6.3 Fioles à fond plat et à paroi mince, de 150 à 250 ml de capacité.

6.4 Étuve, bien ventilée, thermorégularisable à 102 ± 2 °C, ou **étuve à vide**, réglable à une température comprise entre 70 et 75 °C, sous une pression inférieure à 66 mbar (50 mmHg).

6.5 Régularisateur d'ébullition, exempt de matière grasse, non poreux et non friable, par exemple billes de verre ou morceaux de carbure de silicium.

NOTE — L'emploi d'un régularisateur d'ébullition est facultatif (voir 8.3).

6.6 Bain d'eau, réglable à une température comprise entre 60 et 70 °C.

6.7 Centrifugeuse, dans laquelle l'appareil d'extraction (6.2) peut être soumis à une fréquence de rotation de 500 à 600 min^{-1} .

NOTES

1 L'emploi d'une centrifugeuse est facultatif (voir 8.5.2).

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 dans le cas où l'appareil se briserait.

7 Échantillonnage

Effectuer l'échantillonnage selon la méthode appropriée décrite dans l'ISO/R 707.

8 Mode opératoire

8.1 Préparation de l'échantillon pour essai

Transvaser l'échantillon pour laboratoire dans un récipient propre et sec (muni d'une fermeture étanche) d'une contenance correspondant à environ deux fois le volume de l'échantillon. Fermer immédiatement le récipient et bien mélanger au moyen d'agitations et de retournements répétés du récipient. Pendant la préparation de l'échantillon pour essai, éviter, dans toute la mesure du possible, l'exposition à l'air atmosphérique de manière à réduire le plus possible l'absorption d'eau.

8.2 Essai à blanc

En même temps que la détermination, effectuer un essai à blanc avec 10 ml d'eau, en utilisant le même type d'appareil d'extraction, les mêmes réactifs dans les mêmes proportions et en suivant le même mode opératoire. Si la valeur fournie par l'essai à blanc dépasse 0,000 5 g, vérifier les réactifs, et purifier ou remplacer le ou les réactifs impurs.

8.3 Préparation de la fiole

Sécher une fiole (6.3) [après y avoir éventuellement déposé un régularisateur d'ébullition (6.5) pour faciliter une ébullition modérée au cours de l'évaporation des solvants] dans l'étuve

(6.4) réglée à 102 ± 2 °C, ou dans l'étuve à vide (6.4) réglée à une température comprise entre 70 et 75 °C, durant 30 à 60 min. Laisser la fiole refroidir jusqu'à la température ambiante et la peser à 0,000 1 g près.

8.4 Prise d'essai

Peser, à 0,001 g près, directement ou par différence, dans l'appareil d'extraction (6.2), environ 1 g de lait entier sec ou environ 1,5 g de lait partiellement écrémé sec ou de lait écrémé sec. Ajouter 10 ml d'eau et agiter jusqu'à dispersion totale de la prise d'essai.

8.5 Détermination

8.5.1 Ajouter, à la prise d'essai 1,5 ml de la solution d'hydroxyde d'ammonium (5.1) ou un volume équivalent si une solution de concentration plus forte est utilisée, et chauffer dans le bain d'eau (6.6) durant 15 min à une température comprise entre 60 et 70 °C, en agitant de temps en temps. Refroidir ensuite, par exemple sous l'eau courante.

Ajouter 10 ml d'éthanol (5.2) et mélanger les liquides doucement mais complètement dans l'appareil maintenu ouvert.

8.5.2 Ajouter 25 ml d'oxyde diéthylique (5.3), fermer l'appareil avec un bouchon mouillé, l'agiter énergiquement et le retourner à plusieurs reprises durant 1 min. Refroidir au besoin l'appareil sous l'eau courante. Enlever le bouchon avec précaution et ajouter 25 ml d'éther de pétrole (5.4), en utilisant les premiers millilitres pour rincer le bouchon et l'intérieur du col de l'appareil et en laissant les liquides de rinçage s'écouler dans l'appareil.

Remettre le bouchon, agiter et retourner l'appareil à plusieurs reprises durant 30 s. 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 la centrifugeuse (6.7).

8.5.3 Enlever le bouchon et le rincer, ainsi que l'intérieur du col de l'appareil, avec quelques millilitres du mélange de solvants (5.5) en laissant les liquides de rinçage s'écouler dans l'appareil. Transvaser avec soin, aussi complètement que possible, la couche surnageante dans la fiole séchée (voir 8.3), par décantation (voir 10.1) ou à l'aide d'un siphon.

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 s'écouler dans la fiole et ceux de l'intérieur du col ou du siphon s'écouler dans l'appareil d'extraction.

NOTE — Dans le cas de l'utilisation d'un siphon, le liquide surnageant peut être transvasé dans la fiole sans agitation ultérieure, et les opérations de rinçage et de transfert peuvent être répétées.

8.5.4 Effectuer une deuxième extraction en répétant les opérations décrites en 8.5.2 et 8.5.3 [y compris le(s) rinçage(s)], mais en utilisant seulement 15 ml d'oxyde diéthylique et 15 ml d'éther de pétrole.

8.5.5 Effectuer une troisième extraction de la même façon, mais en omettant le(s) rinçage(s) final(s) (voir 10.2).

8.5.6 Chasser avec soin, par évaporation ou distillation, le maximum de solvant (y compris l'éthanol). Si la fiole est de faible 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, durant 1 h dans l'étuve (6.4) réglée à 102 ± 2 °C, ou dans l'étuve à vide (6.4) réglée à une température comprise entre 70 et 75 °C. Laisser la fiole refroidir jusqu'à la température ambiante comme précédemment (voir 8.3) et peser à 0,000 1 g près.

Répéter les opérations de chauffage durant des périodes de 30 à 60 min, de refroidissement et de pesée jusqu'à ce que la masse ne diminue plus.

8.5.7 Ajouter 15 à 25 ml d'éther de pétrole pour déterminer 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.

8.5.7.1 Si la matière extraite est entièrement soluble dans l'éther de pétrole, prendre comme masse de la matière grasse la différence entre la masse finale de la fiole contenant l'extrait et sa masse initiale (voir 8.3).

8.5.7.2 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, durant 1 h dans l'étuve, la laisser refroidir jusqu'à la température ambiante comme précédemment (voir 8.3) et peser à 0,000 1 g près. Prendre comme masse de la matière grasse la différence entre la masse de la fiole contenant l'extrait total et cette masse finale.

8.6 Nombre de déterminations

Effectuer deux déterminations sur le même échantillon pour essai.

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;

m_1 est la masse, en grammes, de la fiole et de la matière grasse après étuvage jusqu'à masse constante;

m_2 est la masse, en grammes, de la fiole après chauffage initial (voir 8.3) ou, en cas de matières non dissoutes, après chauffage final;

m_3 est la masse, en grammes, de la fiole utilisée pour l'essai à blanc après étuvage jusqu'à masse constante;

m_4 est la masse, en grammes, de la fiole utilisée pour l'essai à blanc après chauffage initial (voir 8.3) ou, en cas de matières non dissoutes, après chauffage final.

Prendre comme résultat la moyenne arithmétique des deux déterminations (8.6) si la condition de répétabilité (voir 9.2) est remplie.

9.2 Répétabilité

La différence entre les résultats des deux déterminations (8.6), effectuées simultanément ou rapidement l'une après l'autre par le même analyste, ne doit pas dépasser 0,2 g de matière grasse pour 100 g de produit.

9.3 Reproductibilité

La différence entre les moyennes des résultats de deux déterminations, effectuées dans deux laboratoires différents sur le même échantillon, ne doit pas dépasser 0,6 g de matière grasse pour 100 g de lait entier sec et 0,3 g de matière grasse pour 100 g de lait écrémé sec.

10 Notes sur le mode opératoire

10.1 Si le transvasement est effectué par décantation, il peut être nécessaire d'ajouter un peu d'eau pour rehausser l'interface entre les deux couches afin de faciliter la décantation.

10.2 Il n'est pas indispensable d'effectuer la troisième extraction (voir 8.5.5) dans le cas de lait écrémé sec.

11 Procès-verbal d'essai

Le procès-verbal d'essai doit indiquer la méthode utilisée et le résultat obtenu. 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 le résultat.

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

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1736:1981

[s://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/aac66e78-7670-4c8c-8fe0-3ac4ab525099/iso-1736-1981](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/aac66e78-7670-4c8c-8fe0-3ac4ab525099/iso-1736-1981)