
Norme internationale



1736

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

Lait sec, lactosérum sec, babeurre sec et sérum de beurre sec — Détermination de la teneur en matière grasse — Méthode gravimétrique (Méthode de référence)

Dried milk, dried whey, dried buttermilk and dried butter serum — Determination of fat content — Gravimetric method (Reference method)

iTeh STANDARD PREVIEW

Deuxième édition — 1985-12-15 (standards.iteh.ai)

[ISO 1736:1985](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/84b89ff5-c28a-4f39-ba3e-582f5462ae57/iso-1736-1985)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/84b89ff5-c28a-4f39-ba3e-582f5462ae57/iso-1736-1985>

CDU 637.127.6 : 543.85

Réf. n° : ISO 1736-1985 (F)

Descripteurs : produit agricole, produit laitier, lait, lait en poudre, petit-lait, babeurre, beurre, sérum, analyse chimique, dosage, corps gras, appareil, 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 1736 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits agricoles alimentaires*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 1736-1981) (voir l'Introduction).

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) et sera également publiée par ces organisations.

L'attention des utilisateurs est attirée sur le fait que toutes les Normes internationales sont de temps en temps soumises à révision et que toute référence faite à une autre Norme internationale dans le présent document implique qu'il s'agit, sauf indication contraire, de la dernière édition.

Lait sec, lactosérum sec, babeurre sec et sérum de beurre sec — Détermination de la teneur en matière grasse — Méthode gravimétrique (Méthode de référence)

0 Introduction

La deuxième édition de l'ISO 1736 est préparée en vue de disposer d'une série de méthodes, harmonisées le plus possible, sur la détermination gravimétrique de la matière grasse du lait, des produits laitiers et des aliments à base de lait.

Cette révision est basée sur la méthode Röse-Gottlieb révisée pour le lait spécifiée dans l'ISO 1211¹⁾; elle comprend un nombre de modifications pour améliorer la fidélité de cette méthode.

Une explication plus complète de ces modifications à la méthode de base Röse-Gottlieb est donnée dans l'introduction de l'ISO 1211.

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale décrit une méthode de référence pour la détermination de la teneur en matière grasse du lait sec à haute teneur en matière grasse [c'est-à-dire, lait sec d'une teneur en matière grasse de 40 % (m/m) ou plus], du lait entier sec, du lait partiellement écrémé sec, du lait écrémé sec, du lactosérum sec, du babeurre sec et du sérum de beurre sec.

NOTE — Lorsque la poudre contient des grumeaux compacts qui ne se dissolvent pas dans l'hydroxyde d'ammonium ou des acides gras libres en quantités importantes identifiables par une odeur distincte, le résultat de la détermination sera plus faible. Pour de tels produits, on aura recours à une méthode utilisant le principe de Weibull-Berntrop, comme dans l'ISO 8262/3²⁾.

2 Références

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

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

3 Définition

teneur en matière grasse du lait sec, du lactosérum sec, du babeurre sec et du sérum de beurre sec : Toutes les substances déterminées selon 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, et détermination de la masse des substances extraites qui sont solubles dans l'éther de pétrole. (Méthode habituellement dite de 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 décrite. 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 mentionné en 8.3. Pour les contrôles de masses, utiliser un récipient de récupération de la matière grasse vide, préparé comme décrit 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.

1) ISO 1211, *Lait — Détermination de la teneur en matière grasse — Méthode gravimétrique (Méthode de référence)*.

2) ISO 8262/3, *Produits laitiers et aliments à base de lait — Détermination de la teneur en matière grasse par la méthode gravimétrique Weibull-Berntrop (Méthode de référence) — Partie 3: Cas spéciaux*. (Actuellement au stade de projet.)

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 8.5.2).

5.2 Éthanol, ou **éthanol dénaturé au 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 8.5.4). 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), ne contenant pas, ou contenant pas plus de 2 mg/kg d'antioxydants et en se conformant aux prescriptions de l'essai à blanc (voir chapitre 5, et aussi 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 emploi par mélange à volume égal d'oxyde diéthylique (5.4) et d'éther de pétrole (5.5).

6 Appareillage

AVERTISSEMENT — Pour les déterminations requérant l'utilisation de solvants volatils inflammables, l'appareillage électrique utilisé devra satisfaire, le cas échéant, à la législation en matière de risques liés à l'utilisation des 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 centrifugés à une fréquence de rotation de 500-600 tr/min, afin d'obtenir un champ de gravitation de 80g à 90g à l'extrémité extérieure des fioles ou des tubes.

NOTE — L'utilisation d'une centrifugeuse est facultative mais recommandée (voir 8.5.7).

6.3 Appareil de distillation ou d'évaporation, permettant de distiller les solvants et l'éthanol des fioles de récupération de

la matière grasse ou de les évaporer des béciers et des capsules (voir 8.5.10 et 8.5.14) à une température n'excédant pas 100 °C.

6.4 Étuve à dessiccation, à chauffage électrique, munie d'ouïes de ventilation complètement ouvertes, réglée à une température de 102 ± 2 °C pendant toute la durée de son fonctionnement. L'étuve doit être munie d'un thermomètre approprié.

6.5 Bain d'eau, réglable à 65 ± 5 °C.

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

NOTE — On peut également utiliser des tubes (ou des fioles) d'extraction de la matière grasse munis d'un siphon ou d'un système d'aspiration par le vide, mais le mode opératoire est alors différent et est décrit dans l'annexe. La longue tubulure à l'intérieur de la fiole peut présenter une extrémité recourbée en crochet, si on le désire.

Les fioles (ou les tubes, voir la note) doivent être munis de bouchons en liège de bonne qualité, ou de bouchons en une autre matière [par exemple, caoutchouc siliconé ou PTFE¹⁾] inaltérables 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 pendant 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, pour le mélange de solvants (5.6). Ne pas utiliser de flacon de lavage en plastique.

6.9 Récipients de 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 Régulateurs d'ébullition, exempts de matière grasse, en porcelaine non poreuse ou en carbure de silicium, ou billes de verre (facultatif dans le cas des capsules métalliques).

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

6.12 Pipettes graduées, de 10 ml de capacité.

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

7 Échantillonnage

Voir ISO 707.

1) Polytétrafluoroéthylène.

8 Mode opératoire

NOTE — Un autre mode opératoire utilisant des tubes d'extraction de la matière grasse munis d'un siphon ou d'un système d'aspiration par le vide (voir la note en 6.6) est décrit dans l'annexe.

8.1 Préparation de l'échantillon pour essai

Mélanger vigoureusement l'échantillon pour laboratoire, par rotations et retournements répétés du récipient. (Si nécessaire, transvaser tout l'échantillon pour laboratoire dans un récipient approprié, hermétique à l'air, de capacité adéquate pour permettre la réalisation de cette opération.)

8.2 Prise d'essai

Mélanger doucement l'échantillon pour essai (8.1) par retournements et rotations du récipient et peser immédiatement à 1 mg près, directement ou par différence, dans une fiole d'extraction de la matière grasse (6.6) une des prises d'essai suivantes :

- environ 1 g de lait sec à haute teneur en matière grasse, de lait entier sec ou de sérum de beurre sec;
- environ 1,5 g de lait partiellement écrémé sec, de lait écrémé sec, de lactosérum sec ou de babeurre sec.

Les prises d'essai doivent être placées 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 à la détermination, en utilisant le même mode opératoire et les mêmes réactifs, mais en remplaçant la prise d'essai dispersée comme décrit en 8.5.1, par 10 ml d'eau (voir 10.2).

8.4 Préparation du récipient de récupération de la matière grasse

Sécher le récipient (6.9) avec quelques régulateurs d'ébullition (6.10) pendant 1 h dans l'étuve (6.4) (voir note 1).

Laisser refroidir le récipient (protégé 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)].

Placer le récipient sur la balance à l'aide des pinces (6.13) (pour éviter, en particulier, des variations de température), et peser à 0,1 mg près.

NOTES

- Les régulateurs d'ébullition sont nécessaires pour permettre une ébullition modérée pendant l'élimination du solvant, spécialement dans le cas des récipients en verre; leur utilisation est facultative dans le cas des capsules métalliques.
- Le récipient ne doit pas être placé dans un dessiccateur, afin d'éviter un refroidissement insuffisant ou des temps de refroidissement excessifs.

8.5 Détermination

8.5.1 Ajouter à la prise d'essai, 10 ml d'eau à 65 ± 5 °C, de façon à entraîner la totalité de la prise d'essai dans le bulbe étroit de la fiole, et mélanger vigoureusement jusqu'à ce que le produit soit complètement dispersé. Refroidir sous l'eau courante.

8.5.2 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). Mélanger vigoureusement avec la prise d'essai diluée dans le bulbe étroit de la fiole. Après addition de l'hydroxyde d'ammonium, continuer la détermination sans attendre.

8.5.3 Chauffer la fiole dans le bain d'eau (6.5), à 65 ± 5 °C, pendant 15 à 20 min en agitant de temps en temps, puis refroidir à la température du laboratoire.

8.5.4 Ajouter 10 ml d'éthanol (5.2). Mélanger doucement mais complètement le contenu de la fiole en lui imprimant un mouvement de va-et-vient 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).

8.5.5 Ajouter 25 ml d'oxyde diéthylique (5.4), boucher la fiole avec un bouchon en liège (voir 6.6) saturé d'eau, ou un autre dispositif de fermeture imprégné d'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 sous 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 du flacon de lavage (6.8), de façon que les liquides de rinçage coulent dans la fiole ou le récipient préparé (voir 8.4) pour la récupération de la matière grasse.

8.5.6 Ajouter 25 ml d'éther de pétrole (5.5), boucher la fiole avec le bouchon en liège humidifié à nouveau, ou le dispositif de fermeture réhumidifié (par trempage dans l'eau), et agiter doucement la fiole pendant 30 s comme décrit en 8.5.5.

8.5.7 Centrifuger la fiole bouchée pendant 1 à 5 min à une fréquence de rotation de 500-600 tr/min (voir 6.2). 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 sous l'eau courante.

8.5.8 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 ou le récipient préparé pour la récupération de la matière grasse.

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 faciliter la décantation du solvant.

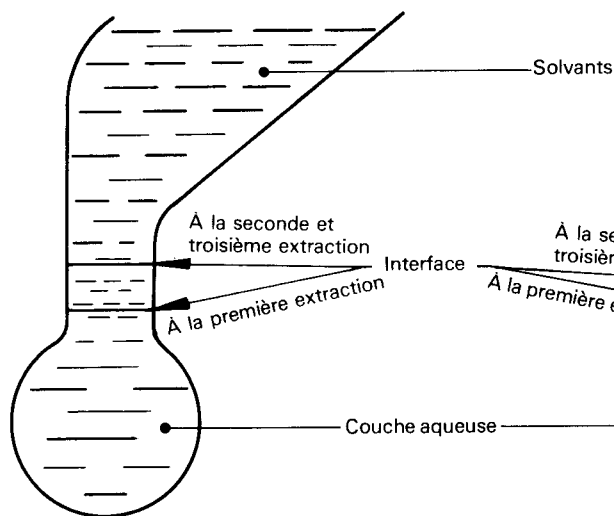


Figure 1 — Avant décantation
(8.5.8, 8.5.12, 8.5.13)

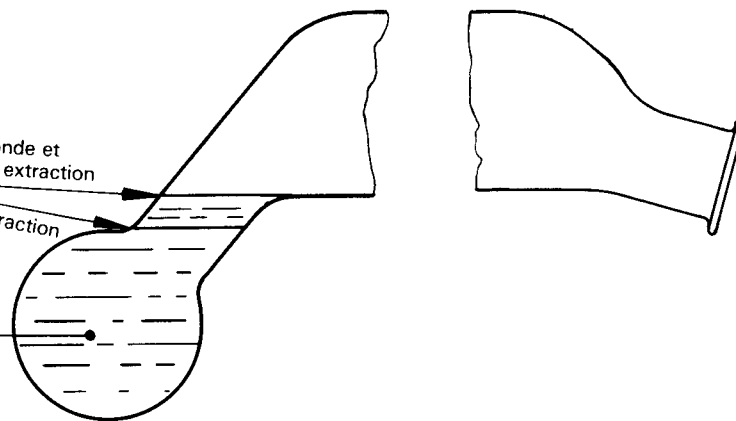


Figure 2 — Après décantation
(8.5.9, 8.5.12, 8.5.13)

NOTE — Aux figures 1 et 2, l'un des trois types de fioles spécifiées dans l'ISO 3889 a été choisi, mais aucune préférence n'est donnée à ce type.

8.5.9 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 régulateurs d'ébullition (6.10) dans le cas des fioles (facultatif avec les capsules métalliques), en évitant de décantier une partie quelconque de la couche aqueuse (voir figure 2).

8.5.10 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 de 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.

Si on le désire, les solvants ou une partie des solvants peuvent être éliminés du récipient, par distillation ou évaporation, comme décrit en 8.5.14.

8.5.11 Ajouter 5 ml d'éthanol (5.2) aux contenus 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 8.5.4.

8.5.12 Effectuer une seconde extraction en recommençant les opérations décrites de 8.5.5 à 8.5.10 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 légèrement au-dessus du milieu du col de la fiole (voir figure 1) pour permettre à la décantation finale des solvants d'être aussi complète que possible (voir figure 2).

8.5.13 Effectuer une troisième extraction, sans addition d'éthanol, en répétant de nouveau les opérations décrites de

8.5.5 à 8.5.9 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 légèrement au-dessus du milieu du col de la fiole (voir figure 1) pour permettre à la décantation finale des solvants d'être aussi complète que possible (voir figure 2).

NOTE — La troisième extraction n'est pas à effectuer pour les produits ayant une teneur en matière grasse de 5 % (*m/m*) ou moins.

8.5.14 Éliminer les solvants (éthanol compris) aussi complètement que possible de la fiole, par distillation, ou du béccher 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.

8.5.15 Chauffer le récipient de récupération de la matière grasse (fiole placée en position inclinée afin de permettre aux vapeurs de solvants de s'échapper) pendant 1 h dans l'étuve à dessiccation (6.4) réglée à 102 ± 2 °C. Retirer le récipient de l'étuve, laisser refroidir (non 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 (6.13) (pour éviter, en particulier, des variations de température).

8.5.16 Répéter les opérations décrites en 8.5.15, jusqu'à ce que la masse du récipient de récupération 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 de récupération de la matière grasse et de la matière extraite.

8.5.17 Ajouter 25 ml d'éther de pétrole au récipient de récupération 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 dissoute.

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 du récipient contenant la matière extraite (voir 8.5.16) et sa masse initiale (voir 8.4).

8.5.18 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 décantier 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, pendant 1 h, laisser refroidir et peser comme décrit en 8.5.15 et 8.5.16.

Prendre la masse de la matière grasse comme la différence entre la masse déterminée en 8.5.16 et cette masse finale.

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 de récupération de la matière grasse et de la matière extraite, déterminée en 8.5.16;

m_2 est la masse, en grammes, du récipient préparé pour la récupération de la matière grasse (voir 8.4) ou, dans le cas de la matière non dissoute, du récipient de récupération de la matière grasse et du résidu insoluble, déterminée en 8.5.18;

m_3 est la masse, en grammes, du récipient de récupération de la matière grasse utilisé pour l'essai à blanc (8.3) et de la matière extraite, déterminée en 8.5.16;

m_4 est la masse, en grammes, du récipient de récupération de la matière grasse (voir 8.4) utilisé pour l'essai à blanc (8.3) ou, dans le cas de la matière non dissoute, du récipient de récupération de la matière grasse et du résidu insoluble, déterminée en 8.5.18.

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

9.2 Fidélité

NOTES

1 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 5725.¹⁾

2 Les valeurs de répétabilité et de reproductibilité du sérum de beurre sec ont été omises. Elles sont plus mauvaises que les valeurs pour le lait entier sec, probablement à cause de la teneur élevée en phosphatide du sérum de beurre sec.

9.2.1 Répétabilité

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

— pour le lait sec à haute teneur en matière grasse et le lait entier sec :	0,2 g de matière grasse pour 100 g de produit;
— pour le lait partiellement écrémé sec et le babeurre sec :	0,15 g de matière grasse pour 100 g de produit;
— pour le lait écrémé sec :	0,1 g de matière grasse pour 100 g de produit;
— pour le lactosérum sec :	0,1 g de matière grasse pour 100 g de produit.

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 sec à haute teneur en matière grasse et le lait entier sec :	0,3 g de matière grasse pour 100 g de produit;
— pour le lait partiellement écrémé sec et le babeurre sec :	0,25 g de matière grasse pour 100 g de produit;
— pour le lait écrémé sec :	0,2 g de matière grasse pour 100 g de produit;
— pour le lactosérum sec :	0,2 g de matière grasse pour 100 g de produit.

1) ISO 5725, *Fidélité des méthodes d'essai — Détermination de la répétabilité et de la reproductibilité par essais interlaboratoires.*

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 récupération 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 de récupération de la matière grasse, avec environ 1 g de la nouvelle 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. Les solvants ainsi traités ne doivent être conservés que pendant de courtes périodes après distillation.

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 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 le récipient de récupération de la matière grasse et la salle des balances, lors des deux pesées (8.5.16 et 8.4 ou 8.5.18).

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 récupération de la 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 ceci n'a pas été fait récemment. Les réactifs impurs ou ayant des traces devront être remplacés ou purifiés (voir chapitre 5 et 10.1).

10.3 Contrôle pour vérifier la présence de peroxydes dans l'oxyde diéthylique

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, sans antioxydant, est exempt de peroxydes, et en reste exempt, traiter l'oxyde diéthylique comme ci-dessous au moins 3 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 pour les déterminations 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 que par le méthanol peut être utilisé pourvu que cela n'affecte pas le résultat 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 des tubes d'extraction de la matière grasse munis d'un siphon ou d'un système d'aspiration par le vide

(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 de système d'aspiration par le vide (voir la note en 6.6), utiliser le mode opératoire décrit dans la présente annexe.

A.1 Mode opératoire

A.1.1 Préparation de l'échantillon pour essai

Voir 8.1

A.1.2 Prises 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 de récupération de la matière grasse

Voir 8.4.

A.1.5 Détermination

A.1.5.1 Ajouter à la prise d'essai, 10 ml d'eau à 65 ± 5 °C, de façon à entraîner la prise d'essai au fond du tube, et mélanger soigneusement.

A.1.5.2 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 la note en 5.1), et mélanger soigneusement à la prise d'essai diluée au fond du tube. Après addition d'hydroxyde d'ammonium, continuer la détermination sans attendre.

A.1.5.3 Chauffer le tube au bain d'eau (6.5) réglé à 65 ± 5 °C, pendant 15 à 20 min, agiter de temps en temps, puis refroidir à la température du laboratoire.

A.1.5.4 Ajouter 10 ml d'éthanol (5.2) et mélanger doucement mais complètement au fond du tube. Ajouter, si on le désire, 2 gouttes de solution de rouge Congo (5.3).

A.1.5.5 Ajouter 25 ml d'oxyde diéthylique (5.4), fermer le tube avec un bouchon en liège (voir 6.6) saturé d'eau ou à l'aide d'un dispositif de fermeture imprégné d'eau, et secouer 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 sous 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 se servant du flacon de lavage (6.8), de façon que les liquides de rinçage coulent dans le tube.

A.1.5.6 Ajouter 25 ml d'éther de pétrole (5.5), fermer le tube avec le bouchon en liège humidifié à nouveau, ou le dispositif de fermeture réhumidifié (par trempage dans l'eau), et agiter le tube pendant 30 s, pas trop fort, comme décrit en A.1.5.5.

A.1.5.7 Centrifuger le tube fermé pendant 1 à 5 min à une fréquence de rotation de 500-600 tr/min (voir 6.2). 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 sous l'eau courante.

A.1.5.8 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.1.5.9 Introduire un siphon ou un système d'aspiration par le vide 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 préparé pour la récupération de la matière grasse (voir 8.4) contenant quelques régulateurs 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 de récupération de la matière grasse.

A.1.5.10 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 éliminé du récipient, par distillation ou évaporation, comme décrit en 8.5.14.