

---

# Norme internationale



# 1737

---

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

---

## Lait concentré sucré et non sucré — Détermination de la teneur en matière grasse — Méthode gravimétrique (Méthode de référence)

*Evaporated milk and sweetened condensed milk — Determination of fat content — Gravimetric method (Reference method)*

Deuxième édition — 1985-09-15

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
(standards.iteh.ai)

[ISO 1737:1985](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/136a3f6f-4a0b-4037-ae72-fd256658a55c/iso-1737-1985)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/136a3f6f-4a0b-4037-ae72-fd256658a55c/iso-1737-1985>

---

CDU 637.127.6 : 543.85

Réf. n° : ISO 1737-1985 (F)

**Descripteurs** : produit agricole, produit laitier, lait, lait concentré, produit sucré, 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 1737 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34  
*Produits agricoles alimentaires.*

La Norme internationale ISO 1737 a été pour la première fois publiée en 1981. Cette deuxième édition annule et remplace la première édition, 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 concentré sucré et non sucré — Détermination de la teneur en matière grasse — Méthode gravimétrique (Méthode de référence)

## 0 Introduction

La deuxième édition de l'ISO 1737 est préparée en vue d'élaborer une série de méthodes qui soient harmonisées le mieux possible, pour la détermination gravimétrique de la teneur en matière grasse du lait, des produits laitiers et des produits alimentaires à base de lait.

Cette révision est basée sur la méthode Röse-Gottlieb révisée pour le lait spécifiée dans l'ISO 1211, elle comprend un nombre de modifications pour améliorer la fidélité de la méthode.

Une explication plus complète de ces modifications à la méthode de base Röse-Gottlieb est donnée dans l'introduction de l'ISO 1211.<sup>1)</sup>

## 1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale décrit une méthode de référence pour la détermination de la teneur en matière grasse de tous les types de lait concentré sucré et non sucré.

## 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 Mojonnier*.

## 3 Définition

**teneur en matière grasse du lait concentré sucré et non sucré** : Toutes les substances déterminées selon la méthode spécifiée dans la présente Norme internationale.

Elle est exprimée conventionnellement 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 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 masses, 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  $\text{NH}_3$ ,  $\rho_{20} \approx 910$  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).

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

**5.2 Éthanol, ou éthanol dénaturé par le 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 8.5.3). 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 ne contenant pas plus de 2 mg d'antioxydants par kilogramme et en se conformant aux prescriptions 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 emploi par mélange de volumes égaux d'oxyde diéthylique (5.4) et d'éther de pétrole (5.5).**

## 6 Appareillage

**ATTENTION — 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 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 centrifugés à 500-600 tours/min, afin d'obtenir 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 8.5.6).

**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 béchers et des capsules (voir 8.5.9 et 8.5.13) à une température n'excédant pas 100 °C.**

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

**6.5 Bains d'eau.**

**6.5.1 Bain d'eau, permettant de maintenir une température de 30 à 40 °C.**

**6.5.2 Bain d'eau, permettant de maintenir une température de 40 à 60 °C.**

**6.6 Fioles d'extraction de la matière grasse, type Mojonnier, 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 un autre matériau [par exemple, caoutchouc siliconé ou PTFE<sup>1)</sup>] 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 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, pour 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, 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, béchers ou capsules.**

## 7 Échantillonnage

Voir ISO 707.

Tous les échantillons pour laboratoire doivent être conservés à une température comprise entre 0 et 4 °C à partir du moment

1) Polytétrafluoréthylène.

de l'échantillonnage jusqu'au commencement du mode opératoire. Dans le cas d'échantillons en récipients étanches, conserver les boîtes fermées à une température inférieure à 20 °C.

## 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 de 6.6) est décrit dans l'annexe.

### 8.1 Préparation de l'échantillon pour essai

#### 8.1.1 Lait concentré non sucré

Agiter et retourner le récipient. Ouvrir le récipient, transvaser lentement le lait dans un deuxième récipient (muni d'une fermeture étanche) et mélanger par transvasements répétés, en prenant soin de réincorporer dans l'échantillon toute matière grasse ou tout autre constituant pouvant adhérer aux parois et au fond du premier récipient. Enfin, transvaser le lait aussi complètement que possible dans le deuxième récipient.

Dans le cas d'échantillons en récipients étanches, tiédir la boîte fermée, si nécessaire, dans le bain d'eau (6.5.2) réglé à une température comprise entre 40 et 60 °C. Retirer la boîte du bain d'eau et agiter vigoureusement toutes les 15 min. Au bout de 2 h, retirer la boîte et la laisser refroidir jusqu'à la température ambiante. Ôter le couvercle complètement et bien mélanger en remuant le contenu de la boîte avec une cuiller ou une spatule (si la matière grasse se sépare, ne pas effectuer la détermination sur l'échantillon).

#### 8.1.2 Lait concentré sucré

Ouvrir le récipient et bien mélanger le lait avec une cuiller ou une spatule. Remuer selon un mouvement rotatoire ascendant et descendant de manière que les couches supérieures et les couches inférieures soient bien mélangées au reste du contenu. Prendre soin de réincorporer dans l'échantillon toute masse de lait pouvant adhérer aux parois et au fond du récipient. Transvaser le lait aussi complètement que possible dans un deuxième récipient (muni d'une fermeture étanche). Fermer le récipient.

Dans le cas d'échantillons en récipients étanches, tiédir la boîte fermée, si nécessaire, dans le bain d'eau (6.5.1) réglé à une température comprise entre 30 et 40 °C. Ouvrir la boîte, décoller toutes les particules de lait pouvant adhérer aux parois et au fond de la boîte, transvaser dans un récipient suffisamment grand pour permettre un brassage soigneux, et mélanger jusqu'à ce que toute la masse soit homogène.

Dans le cas d'un échantillon dans un tube souple, ouvrir le tube et transvaser le contenu dans un récipient, puis découper le tube, décoller toutes les particules pouvant adhérer aux parois et les ajouter au contenu du récipient.

### 8.2 Prise d'essai

Mélanger l'échantillon pour essai (8.1) en agitant (dans le cas du lait concentré sucré) ou en retournant doucement le flacon trois ou quatre fois (dans le cas du lait concentré non sucré) et peser immédiatement, à 1 mg près, directement ou par différence, dans une fiole d'extraction de la matière grasse (6.6), 4

ou 5 g de l'échantillon pour essai de lait concentré non sucré ou 2,0 à 2,5 g de l'échantillon pour essai de lait concentré sucré.

Les prises d'essai doivent être placées aussi complètement que possible dans le bulbe inférieur (étroit) de la fiole d'extraction (6.6).

### 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 pour la 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 (pas dans un dessiccateur) à la température de la salle des balances (récipient en verre pendant au moins 1 h, capsule métallique 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

1. 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 boîtes métalliques.

2. 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 de l'eau à 30 °C environ, de façon à obtenir un volume total de 10 à 11 ml et agiter doucement en chauffant légèrement (40 à 50 °C) 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 de 5.1) et 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** Ajouter 10 ml d'éthanol (5.2). Mélanger doucement et 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).

**8.5.4** 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 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 de 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), à l'aide du flacon de lavage (6.8) de sorte que les liquides de rinçage s'écoulent dans la fiole ou le récipient préparé pour la récupération de la matière grasse (voir 8.4).

**8.5.5** 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 (humidifier à nouveau en le trempant dans l'eau), et agiter doucement la fiole pendant 30 s comme décrit en 8.5.4.

**8.5.6** Centrifuger la fiole bouchée pendant 1 à 5 min à 500-600 tours/min. 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.

**8.5.7** 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 sorte que les liquides de rinçage s'écoulent dans la fiole ou le récipient 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.

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

**8.5.8** En tenant la fiole d'extraction par le bulbe étroit, décanter 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 décanter une partie quelconque de la couche aqueuse (voir figure 2).

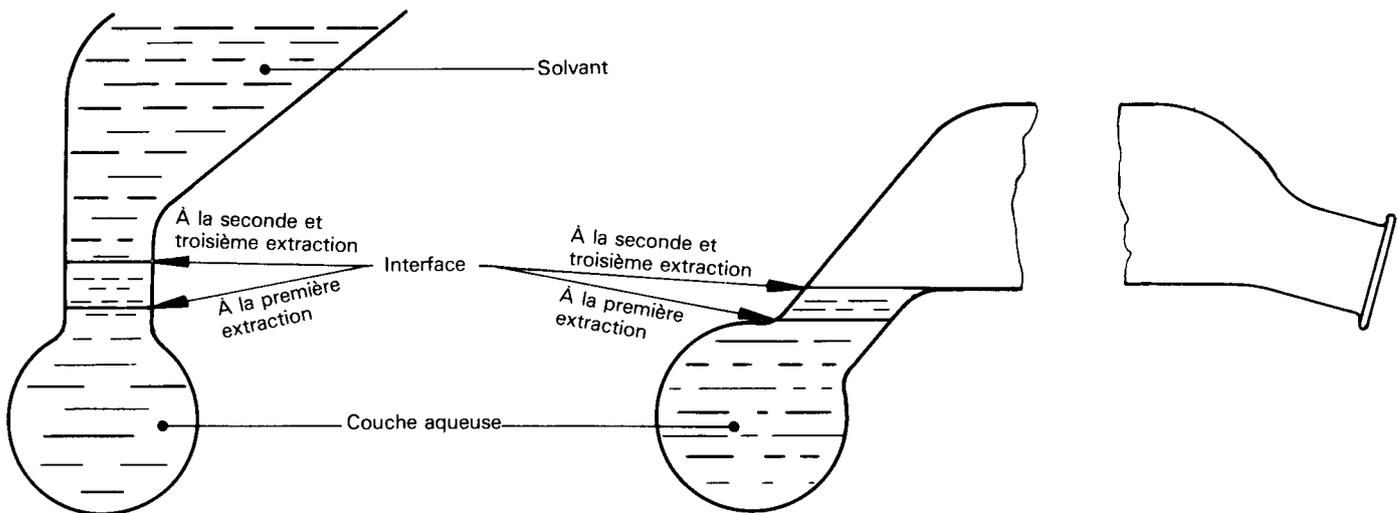
**8.5.9** Rincer l'extérieur du col de la fiole d'extraction avec un peu de mélange de solvants, en recueillant les liquides de rinçage dans le récipient de récupération de la matière grasse et en prenant soin que le mélange de solvants ne soit pas projeté sur l'extérieur de la fiole d'extraction.

Si on le désire, les solvants ou une partie des solvants peuvent être éliminés du récipient par distillation ou évaporation comme décrit en 8.5.13.

THE STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 1737:1985

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/136a3f6f-4a0b-4037-ae72-fd256658a55c/iso-1737-1985>



**Figure 1 — Avant décantation**  
(8.5.7, 8.5.11, 8.5.12)

**Figure 2 — Après décantation**  
(8.5.8, 8.5.11, 8.5.12)

**8.5.10** 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 8.5.3.

**8.5.11** Effectuer une seconde extraction en recommençant les opérations décrites de 8.5.4 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).

**8.5.12** Effectuer une troisième extraction, sans addition d'éthanol, en répétant de nouveau les opérations décrites de 8.5.4 à 8.5.8 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 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 n'est pas à effectuer pour les produits ayant une teneur en matière grasse de 1 % ( $m/m$ ) ou moins.

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

**8.5.14** 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) pendant 1 h dans l'étuve à dessiccation (6.4) réglée à  $102 \pm 2$  °C. Retirer le récipient pour la récupération de la matière grasse 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, les variations de température).

**8.5.15** Répéter les opérations décrites en 8.5.14, jusqu'à ce que la masse du récipient de récupération de la matière grasse diminue de 0,5 mg au 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.

**8.5.16** 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 8.5.15) et sa masse initiale (voir 8.4).

**8.5.17** 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  $102 \pm 2$  °C, pendant 1 h, laisser refroidir et peser comme décrit en 8.5.14 et 8.5.15.

Prendre la masse de la matière grasse comme la différence entre la masse déterminée en 8.5.15 et cette masse finale.

iTeh STANDARD PREVIEW  
Standards.iteh.ai

## 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 8.5.15;

$m_2$  est la masse, en grammes, du récipient préparé 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 8.5.17;

$m_3$  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 8.5.15.

$m_4$  est la masse, en grammes, du récipient pour la récupération de la matière grasse (voir 8.4) utilisée pour l'essai à blanc (8.3) ou, dans le cas de la matière non dissoute, du récipient pour la récupération de la matière grasse et du résidu insoluble, déterminée en 8.5.17.

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.<sup>1)</sup>

### 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 des produits ayant des teneurs en matière grasse  $> 10 \%$  ( $m/m$ ) : 0,5 % de la teneur en matière grasse du produit;
- pour des produits ayant des teneurs en matière grasse de 4 à 10 % ( $m/m$ ) : 0,04 g de matière grasse pour 100 g de produit;
- pour des produits ayant des teneurs en matière grasse de 1 à 4 % ( $m/m$ ) : 0,03 g de matière grasse pour 100 g de produit;
- pour des produits ayant des teneurs en matière grasse  $< 1 \%$  ( $m/m$ ) : 0,02 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 des produits ayant des teneurs en matière grasse  $> 10 \%$  ( $m/m$ ) : 1 % de la teneur en matière grasse du produit;
- pour des produits ayant des teneurs en matière grasse de 4 à 10 % ( $m/m$ ) : 0,06 g de matière grasse pour 100 g de produit;
- pour des produits ayant des teneurs en matière grasse de 1 à 4 % ( $m/m$ ) : 0,04 g de matière grasse pour 100 g de produit;
- pour des produits ayant des teneurs en matière grasse  $< 1 \%$  ( $m/m$ ) : 0,03 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 récupération de la matière grasse utilisé pour l'essai à blanc. Par suite, le changement dans la masse apparente du récipient de récupération de la matière grasse, corrigé du changement apparent de masse du récipient de contrôle, ne devra 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. Des 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 pour la récupération de la matière grasse et la salle des balances, lors des deux pesées (8.5.15 et 8.4 ou 8.5.17).

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 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 devront être remplacés ou purifiés (voir la note du 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.

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

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 cm<sup>2</sup> 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 (CuSO<sub>4</sub>·5H<sub>2</sub>O) 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

On peut trouver, dans certains pays, de l'oxyde diéthylique contenant environ 1 mg d'antioxydant par kilogramme, généralement pour des déterminations de teneurs en matière grasse. Cette teneur n'exclut pas son utilisation pour des besoins 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 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 figurer dans le procès-verbal si elle dépasse 2,5 mg.

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

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/136a38f-4a0b-4037-ae72-fd256658a55c/iso-1737-1985>