

NORME  
INTERNATIONALE

ISO  
1740

Deuxième édition  
1991-07-15

---

---

**Produits à matière grasse laitière et beurre —  
Détermination de l'acidité de la matière grasse  
(Méthode de référence)**

iTeh STANDARD PREVIEW

([standards.iteh.ai](https://standards.iteh.ai)) — *Milk fat products and butter — Determination of fat acidity (Reference method)*

[ISO 1740:1991](https://standards.iteh.ai)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cef59617-a9dc-4662-a461-e16f402c5d5d/iso-1740-1991>



Numéro de référence  
ISO 1740:1991(F)

## 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 en général 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. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 1740 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits agricoles alimentaires*, en collaboration avec la Fédération internationale de laiterie (FIL) et l'Association des chimistes analytiques officiels (AOAC) et sera également publiée par ces organisations.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 1740:1980), dont le domaine d'application a fait l'objet d'une révision technique.

L'annexe A de la présente Norme internationale est donnée uniquement à titre d'information.

© ISO 1991

Droits de reproduction réservés. Aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

Organisation internationale de normalisation  
Case Postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse

Imprimé en Suisse

# Produits à matière grasse laitière et beurre — Détermination de l'acidité de la matière grasse (Méthode de référence)

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode pour la détermination de l'acidité de la matière grasse des produits à matière grasse laitière tels qu'ils sont définis par la norme FAO/OMS A-2<sup>1)</sup> et du beurre.

## 2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 707:1985, *Lait et produits laitiers — Méthodes d'échantillonnage*.

Norme FAO/OMS A-2, élaborée dans le cadre du Code des principes concernant le lait et les produits laitiers, 8<sup>e</sup> édition, 1984, Rome, Organisation de l'alimentation et de l'agriculture des Nations Unies/Organisation mondiale de la santé.

## 3 Définition

Pour les besoins de la présente Norme internationale, la définition suivante s'applique.

**acidité de la matière grasse d'un produit à matière grasse laitière ou du beurre:** Quantité d'alcali nécessaire pour neutraliser les acides gras libres dans

la prise d'essai, telle que déterminée par la méthode décrite dans la présente Norme internationale, divisée par la masse de la prise d'essai.

L'acidité de la matière grasse est exprimée en millimoles par 100 g de matière grasse.

NOTE 1 D'autres méthodes ont été appliquées dans le passé pour exprimer l'acidité de la matière grasse, mais celles-ci ne sont plus recommandées à présent:

- la quantité, en milligrammes, d'hydroxyde de potassium nécessaire pour neutraliser les acides gras libres contenus dans 1 g de matière grasse (égale à l'indice d'acide);
- la quantité, en grammes, d'acide oléique par 100 g de matière grasse (égale au pourcentage d'acides gras libres).

## 4 Principe

Dans le cas particulier du beurre, séparation préliminaire de la matière grasse du beurre fondu par centrifugation.

Filtration, dans une étuve, du produit à matière grasse laitière fondue ou de la matière grasse du beurre à travers un papier filtre.

Dissolution du filtrat dans un mélange de propanol-2 et d'éther de pétrole, puis titrage avec une solution titrée de *n*-tétrabutyl d'hydroxyde d'ammonium, en utilisant de la thymolsulfophtaléine comme indicateur.

## 5 Réactifs

Tous les réactifs utilisés doivent être de qualité analytique reconnue.

1) Norme FAO/OMS A-2, Section A, relative à la matière grasse laitière anhydre, à l'huile de beurre anhydre et à l'huile de beurre, et Section B relative au ghee.

**5.1 *n*-tétrabutyl d'hydroxyde d'ammonium**,  $c(C_{16}H_{37}NO) = 0,1 \text{ mol/l}$  dans un mélange de propanol-2/méthanol, 3 + 1 (V/V).

NOTE 2 La concentration de la solution de *n*-tétrabutyl d'hydroxyde d'ammonium peut changer pendant le stockage et pendant le transfert à la burette. Pour cette raison, il convient de déterminer immédiatement, avant l'utilisation, la concentration réelle de la solution à quatre décimales près, par rapport à une solution étalon d'hydrogénéphthalate de potassium ( $KHC_8H_4O_4$ ) en utilisant du bleu de thymol comme indicateur.

Toutefois, si la burette est munie d'un dispositif empêchant l'entrée de dioxyde de carbone, la concentration de la solution titrée de *n*-tétrabutyl d'hydroxyde d'ammonium est stable pendant de plus longues périodes. Dans ce cas, la concentration réelle de la solution ne sera contrôlée que pour chaque série de déterminations en effectuant un essai de contrôle (8.5) utilisant la matière grasse de référence (5.4).

**5.2 Bleu de thymol**,  $\rho(C_{27}H_{30}O_5S) = 0,1 \text{ g/l}$  (thymolsulfophtaléine), solution d'indicateur à 0,1 g/l dans le propanol-2.

Dissoudre 0,1 g de sel de sodium de bleu de thymol dans 100 ml de propanol-2 pour préparer une solution mère. Avant l'utilisation, diluer un volume de cette solution mère avec neuf volumes de propanol-2.

### 5.3 Solvant de matière grasse

**5.3.1** Mélanger un volume de solution de bleu de thymol (5.2) avec quatre volumes d'éther de pétrole (température d'ébullition comprise entre 60 °C et 80 °C). Conserver ce mélange, à l'abri de la lumière, pendant 1 mois au maximum.

**5.3.2** Si les essais à blanc (8.4) donnent des valeurs élevées, neutraliser le solvant de matière grasse avec la solution de *n*-tétrabutyl d'hydroxyde d'ammonium (5.1) jusqu'à virage à une couleur vert pâle.

**5.4 Matière grasse de référence** (pour vérifier périodiquement toutes les opérations du titrage)

#### 5.4.1 Préparation des échantillons de matière grasse de référence

Dissoudre des quantités connues d'acide palmitique ( $C_{16}H_{32}O_2$ ) dans de la matière grasse laitière lavée (voir 5.4.2). Les concentrations appropriées d'acide palmitique sont de 0,5 mmol à 2,0 mmol d'acide palmitique par 100 g de matière grasse.

Calculer l'acidité des échantillons de matière grasse de référence en millimoles d'acide palmitique ajouté

par masse de matière grasse laitière, et l'exprimer en millimoles par 100 g de matière grasse.

NOTE 3 La valeur ainsi calculée peut servir de valeur de référence.

### 5.4.2 Matière grasse laitière lavée

Laver une matière grasse laitière de bonne qualité<sup>2)</sup> avec une solution aqueuse d'hydroxyde de potassium [ $c(KOH) = 0,1 \text{ mol/l}$ ]. Laver ensuite à l'eau, centrifuger et filtrer à travers un papier filtre.

### 5.4.3 Stockage

Répartir la matière grasse de référence dans des flacons et les fermer hermétiquement. Si la matière grasse est utilisée dans un délai de 4 semaines, les flacons peuvent être conservés à l'obscurité et à une température ne dépassant pas 4 °C. S'il est nécessaire de conserver la matière grasse plus longtemps, les congeler immédiatement et les entreposer à l'obscurité.

## 6 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et notamment

**6.1 Balance**, précise à 5 mg près.

**6.2 Centrifugeuse**, pouvant atteindre une accélération radiale d'au moins 350g, munie d'un rotor articulé, par exemple une centrifugeuse de type Gerber (voir ISO 2446 [1]).

**6.3 Tubes à centrifuge.**

**6.4 Entonnoirs en verre et papier filtre** (qualité moyenne).

**6.5 Pipettes ou seringues**, de 5 ml à 10 ml de capacité.

**6.6 Pipettes ou seringues**, de 50 ml  $\pm$  0,5 ml de capacité.

**6.7 Récipients de titrage**, par exemple, fioles coniques d'environ 100 ml à 250 ml de capacité.

**6.8 Burette**, graduée en divisions de 0,02 ml.

**6.9 Azote**, exempt de dioxyde de carbone.

**6.10 Étuve**, chauffée électriquement, pouvant être maintenue à 50 °C  $\pm$  2 °C.

2) En ce qui concerne la spécification de «bonne qualité», voir la norme FAO/OMS A-2.

## 7 Échantillonnage

L'échantillonnage doit avoir été effectué conformément à l'ISO 707.

## 8 Mode opératoire

NOTE 4 S'il est nécessaire de contrôler la répétabilité, effectuer les opérations décrites en 8.3 sur deux prises d'essai prélevées à partir du même échantillon pour essai, en utilisant le même appareillage et dans un intervalle de temps aussi court que possible.

### 8.1 Préparation de l'échantillon pour essai

#### 8.1.1 Beurre

Régler l'étuve (6.10) à  $50\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ .

Faire fondre une quantité appropriée de l'échantillon introduit dans un tube à centrifuger (6.3), et séparer la matière grasse par centrifugation dans la centrifugeuse à une accélération radiale d'au moins 350g (6.2) pendant 5 min. Filtrer la matière grasse butyrique chaude séparée à travers un papier sec plié, à l'intérieur de l'étuve. La matière grasse butyrique filtrée doit être limpide et visiblement exempte d'eau et de composants non gras.

**8.1.2 Produits à matière grasse laitière** (matière grasse laitière anhydre, huile de beurre anhydre ou matière grasse butyrique anhydre, huile de beurre ou matière grasse butyrique, ghee)

Régler l'étuve (6.10) à  $50\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ .

Faire fondre une quantité appropriée du produit à matière grasse laitière dans l'étuve et la filtrer à travers un papier filtre sec plié, à l'intérieur de l'étuve.

#### 8.2 Prise d'essai

Peser, à 0,01 g près, un récipient de titrage (6.7), 5 g à 10 g de l'échantillon (8.1) en transférant la matière grasse à l'aide d'une pipette ou d'une seringue (6.5).

#### 8.3 Détermination

**8.3.1** À l'aide d'une pipette ou d'une seringue (6.6) ajouter, à la prise d'essai (8.2), 50 ml du solvant de matière grasse (5.3) et dissoudre la matière grasse.

**8.3.2** Titrer la matière grasse dissoute avec la solution titrée de *n*-tétrabutyl d'hydroxyde d'ammonium (5.1) sous atmosphère d'azote (6.9) jusqu'à apparition d'une coloration jaune/vert pâle persistant pendant au moins 5 s.

Noter le volume de solution (5.1) utilisé, à 0,01 ml près.

**IMPORTANT** — Afin de satisfaire aux exigences de fidélité il est important d'empêcher l'introduction de dioxyde de carbone dans le récipient de titrage (6.7) au cours des opérations de titrage; ceci peut être obtenu en réalisant la filtration sous atmosphère d'azote.

Le titrage peut également être effectué avec un matériel de titrage automatique et le point final de titrage peut être déterminé par colorimétrie (voir [2] et [3]).

#### 8.4 Essai à blanc

Effectuer simultanément un essai à blanc et la détermination, en appliquant la même méthode et en utilisant les mêmes réactifs, mais en supprimant la prise d'essai.

La valeur obtenue au cours de l'essai à blanc doit être inférieure à 5 % de la valeur de titrage la moins élevée, déterminée sur les échantillons pour essai. Lorsque les valeurs de l'essai à blanc sont plus élevées, neutraliser le solvant de matière grasse avant son emploi (voir 5.3.2).

#### 8.5 Essai de contrôle

Effectuer un essai de contrôle au début de chaque série de déterminations, en utilisant le même mode opératoire et les mêmes réactifs, mais avec la matière grasse de référence (5.4) à la place de l'échantillon pour essai. L'essai de contrôle doit être réalisé au moins en double avec la matière grasse de référence.

Vérifier si les résultats satisfont aux exigences de répétabilité (10.1). Si c'est le cas, prendre comme résultat la moyenne arithmétique des résultats obtenus. Le résultat final doit s'écarter de moins de 5 %, avec un maximum de 0,05 mmol par 100 g de matière grasse, de la valeur calculée en 5.4.1.

Si le résultat ne satisfait pas à ces exigences, contrôler séparément les réactifs, le matériel et les modes opératoires.

## 9 Expression des résultats

Calculer l'acidité de la matière grasse de la prise d'essai  $w_a$ , en millimoles par 100 g de matière grasse, en utilisant la formule

$$w_a = \frac{(V_1 - V_2)c}{m} \times 100$$

où

$V_1$  est le volume, en millilitres, de la solution titrée de *n*-tétrabutyl d'hydroxyde d'ammo-

nium (5.1) utilisée pour le titrage de l'échantillon pour essai dissous (8.3.2);

$V_2$  est le volume, en millilitres, de la solution titrée de *n*-tétrabutyl d'hydroxyde d'ammonium (5.1) utilisée pour le titrage de l'essai à blanc (8.4);

*c* est la concentration exacte, en moles par litre, de la solution titrée de *n*-tétrabutyl d'hydroxyde d'ammonium (5.1);

*m* est la masse, en grammes, de la prise d'essai (8.2).

Calculer l'acidité de la matière grasse à deux décimales près. Si la répétabilité a été vérifiée et que les exigences sont satisfaites (voir 10.1), prendre comme résultat final la moyenne arithmétique de deux déterminations.

NOTE 5 Pour ceux qui sont habitués à d'autres modes d'expression de l'acidité de la matière grasse (voir la note 1 de l'article 3), les méthodes de calcul respectives sont données ci-après.

a) Calculer l'indice d'acide  $w_{ar}$ , en milligrammes par gramme, en utilisant la formule

$$w_{ar} = \frac{m_1 w_a}{100}$$

où

$w_a$  est l'acidité de la matière grasse de la prise d'essai, en millimoles par 100 g de matière grasse;

$m_1$  est la masse molaire relative de l'hydroxyde de potassium ( $m_1 = 56,1$ ).

b) Calculer la teneur en acides gras libres  $w_{fa}$ , exprimée en grammes d'acide oléique par 100 g de matière grasse, en utilisant la formule

$$w_{fa} = \frac{m_2 w_a}{1000}$$

où

$w_a$  est l'acidité de la matière grasse de la prise d'essai, en millimoles par 100 g de matière grasse;

$m_2$  est la masse molaire relative de l'acide oléique ( $m_2 = 282$ ).

## 10 Fidélité

Les exigences de fidélité se rapportent à des échantillons ayant une acidité de matière grasse allant de 0,20 mmol à 2,00 mmol par 100 g de matière grasse. Les exigences ne peuvent pas toujours être satisfaites lorsque le niveau d'acidité de la matière grasse est plus élevé.

NOTE 6 Les valeurs de répétabilité et de reproductibilité découlent des résultats d'un essai interlaboratoire réalisé et interprété conformément à l'ISO 5725 [4], et publié dans [5].

### 10.1 Répétabilité

La différence absolue entre deux résultats d'essais obtenus en utilisant la même méthode, sur le même échantillon pour essai, dans le même laboratoire, par le même opérateur utilisant le même appareillage et dans un court laps de temps, ne doit pas excéder 0,05 mmol par 100 g.

Rejeter les deux résultats si la différence excède 0,005 mmol par 100 g et effectuer deux nouvelles déterminations.

### 10.2 Reproductibilité

La différence absolue entre deux résultats d'essais obtenus par la même méthode, sur un même échantillon pour essai, dans des laboratoires différents et avec des opérateurs différents, utilisant différents appareillages ne doit pas être supérieure à 0,8 mmol par 100 g.

## 11 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit indiquer la méthode utilisée si les conditions de répétabilité ont été vérifiées et les résultats obtenus. Il doit, en outre, mentionner tous les détails opératoires non spécifiés dans la présente Norme internationale, ou facultatifs, ainsi que les incidents éventuels susceptibles d'avoir agi sur les résultats.

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

iTech STANDARD PREVIEW  
(standards.itech.ai)

ISO 1740:1991

https://standards.itech.ai/catalog/standards/sist/c996172a-9d4c-46b2-8461-cf61462c5d5d/iso-1740-1991

## Annexe A (informative)

### Bibliographie

- [1] ISO 2446:1976, *Lait — Détermination de la teneur en matière grasse (Méthode de routine)*. libres du lait par titration automatique colorimétrique. *Le Lait*, Vol. 64, 1984, pp. 340-355.
- [2] DRIESSEN, F.M., JELLEMA, A., VAN LUIN, F.J.P., STADHOUDERS, J. et WOLBERS, G.J.M. The estimation of the fat acidity in raw milk. An adaptation of the BDI method, suitable for routine assays. *Neth. Milk Dairy*, Vol. 31, 1977, pp. 40-55.
- [3] CARTIER, P., CHILLIARD, Y. et CHAZAL, M.P. Dosage de l'activité lipasique et des acides gras
- [4] ISO 5725:1986, *Fidélité des méthodes d'essai — Détermination de la répétabilité et de la reproductibilité d'une méthode d'essai normalisée par essais interlaboratoires*.
- [5] JELLEMA, A., OGER, R. et VAN REUSEL, A. Milk fat products and butter. Determination of fat acidity. Collaborative study by Joint IDF/ISO/AOAC Group of Experts E39. *Bulletin of the International Dairy Federation*, N° 235, 1988, pp. 81-91.

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

[ISO 1740:1991](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cef59617-a9dc-4662-a461-e16f402c5d5d/iso-1740-1991)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cef59617-a9dc-4662-a461-e16f402c5d5d/iso-1740-1991>

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

ISO 1740:1991

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cef59617-a9dc-4662-a461-e16f402c5d5d/iso-1740-1991>

---

---

**CDU [637.14 + 637.2]:543.852**

**Descripteurs:** produit agricole, produit alimentaire, produit laitier, corps gras alimentaire, beurre, analyse chimique, dosage, acide gras, indice d'acide.

Prix basé sur 5 pages

---

---