
**Fromages — Détermination de la
teneur en acide propionique par
chromatographie —**

**Partie 1:
Méthode par chromatographie en
phase gazeuse**

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)
*Cheese — Determination of propionic acid level by
chromatography —*

Part 1: Method by gas chromatography

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7a13037c-320a-4e0f-8540-a62c85f84e9b/iso-ts-19046-1-2017>



Numéros de référence
ISO/TS 19046-1:2017(F)
FIL/MR 233-1:2017(F)

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO/TS 19046-1:2017](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7a13037c-320a-4e0f-8540-a62c85f84e9b/iso-ts-19046-1-2017)
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7a13037c-320a-4e0f-8540-a62c85f84e9b/iso-ts-19046-1-2017>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO et FIL 2017, Publié en Suisse

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, 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, l'affichage sur l'internet ou sur un Intranet, sans autorisation écrite préalable. Les demandes d'autorisation peuvent être adressées à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Ch. de Blandonnet 8 • CP 401
CH-1214 Vernier, Geneva, Switzerland
Tel. +41 22 749 01 11
Fax +41 22 749 09 47
copyright@iso.org
www.iso.org

International Dairy Federation
Silver Building • Bd Auguste Reyers 70/B • B-1030 Brussels
Tel. + 32 2 325 67 40
Fax + 32 2 325 67 41
info@fil-idf.org
www.fil-idf.org

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principe	1
5 Réactifs	2
6 Appareillage	2
7 Échantillonnage	4
8 Préparation de l'échantillon pour essai	4
9 Mode opératoire	4
9.1 Système d'extraction.....	4
9.2 Préparation du savon.....	4
9.3 Détermination quantitative par chromatographie en phase gazeuse.....	5
9.3.1 Calcul du facteur de réponse.....	5
9.3.2 Détermination de la prise d'essai.....	5
10 Calcul et expression des résultats	5
10.1 Calcul de la teneur en acide propionique dans les fromages.....	5
10.2 Expression des résultats.....	5
11 Fidélité	6
11.1 Essai interlaboratoires.....	6
11.2 Répétabilité.....	6
12 Rapport d'essai	6
Annexe A (informative) Exemple de système d'extraction	7
Annexe B (informative) Exemple de chromatogramme de CG	8
Annexe C (informative) Essai interlaboratoires	9
Bibliographie	10

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 (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier, de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

(standards.iteh.ai)

Pour une explication de la nature volontaire des normes, la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: www.iso.org/iso/fr/avant-propos.html.

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 34, *Produits alimentaires*, sous-comité SC 5, *Lait et produits laitiers*, et la Fédération International du Lait (FIL). Elle est publiée conjointement par l'ISO et la FIL.

Une liste de toutes les parties de la série ISO/TS 19046 | FIL/MR 233 peut être consultée sur le site web de l'ISO.

La FIL (Fédération Internationale du Lait) est une organisation privée à but non lucratif qui représente les intérêts des divers acteurs de la filière laitière au niveau international. Les membres de la FIL sont organisés en comités nationaux, qui sont des associations nationales composées de représentants de groupes d'intérêt nationaux dans le secteur des produits laitiers, incluant des producteurs laitiers, des acteurs de l'industrie de transformation des produits laitiers, des fournisseurs de produits laitiers, des universitaires et des représentants des gouvernements/autorités chargées du contrôle des aliments.

L'ISO et la FIL collaborent étroitement à toutes les activités de normalisation concernant les méthodes d'analyse et d'échantillonnage du lait et des produits laitiers. Depuis 2001, l'ISO et la FIL publient conjointement leurs Normes internationales en utilisant les logos et les numéros de référence des deux organisations.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. La FIL ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne signifient nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi des produits ainsi désignés.

Le présent document a été élaboré par le Comité permanent chargé des *Méthodes d'analyse pour la composition (SCAMC) de la Fédération Internationale du Lait (FIL)* et le comité technique ISO/TC 34, *Produits alimentaires, sous-comité SC 5, Lait et produits laitiers*.

La présente Méthode révisée FIL est équivalente à une ISO/PAS Spécification publiquement disponible ou à une ISO/TS Spécification technique et est donc aussi publiée conjointement selon les conditions ISO.

L'ensemble des travaux a été confié au groupe de projet mixte ISO/FIL sur l'acide propionique (C25) du Comité permanent chargé des *Méthodes d'analyse pour la composition (SCAMC)*, sous la conduite de son chef de projet, P. Trossat (FR).

Une liste de toutes les parties de la série ISO/TS 19046 | FIL/MR 233 peut être consultée sur le site web de l'ISO.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO/TS 19046-1:2017

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7a13037c-320a-4e0f-8540-a62c85f84e9b/iso-ts-19046-1-2017>

Fromages — Détermination de la teneur en acide propionique par chromatographie —

Partie 1: Méthode par chromatographie en phase gazeuse

AVERTISSEMENT — Le présent document peut impliquer l'utilisation de produits et la mise en œuvre de modes opératoires et de matériel pouvant présenter un caractère dangereux. Le présent document n'a pas pour but de traiter l'ensemble des risques liés à son utilisation. Il est de la responsabilité de l'utilisateur du présent document de mettre en place des pratiques d'hygiène et de sécurité appropriées avant son utilisation, et de déterminer l'applicabilité des restrictions.

1 Domaine d'application

Le présent document décrit une méthode de détermination de la teneur en acide propionique dans les fromages par chromatographie en phase gazeuse.

2 Références normatives

Le présent document ne contient aucune référence normative.

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>
- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <http://www.iso.org/obp>

3.1

teneur en acide propionique

fraction massique de l'acide propionique, déterminée selon le mode opératoire décrit dans le présent document

Note 1 à l'article: La teneur en acide propionique est exprimée en mg/100 g de fromage.

4 Principe

Préparation de l'échantillon pour essai par ajout de l'étalon interne et homogénéisation en présence d'acide sulfurique. Extraction continue du mélange dans un extracteur liquide-liquide par un mélange d'éthers. Séparation des acides gras volatils de la phase grasse sous la forme de leurs sels de sodium (savons), après neutralisation en présence de phénolphthaléine (ou autre indicateur équivalente) et séchage des savons ainsi obtenus dans la phase aqueuse. Séparation de l'acide propionique par chromatographie en phase gazeuse et quantification à l'aide d'un étalon interne.

5 Réactifs

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, sauf indication contraire, et de l'eau distillée, de l'eau déminéralisée ou de l'eau de pureté équivalente.

- 5.1 Acide valérique (étalon interne)** [$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_3\text{COOH}$] de pureté ≥ 99 % en fraction massique.
- 5.2 Solution d'acide sulfurique** [H_2SO_4] de fraction massique/volumique égale à 10 %.
- 5.3 Éther de pétrole**, avec un point d'ébullition compris entre 45 °C et 65 °C.
- 5.4 Éther diéthylique** [$\text{C}_2\text{H}_5\text{O C}_2\text{H}_5$].
- 5.5 Solvant mixte**, préparé juste avant utilisation en mélangeant des volumes égaux d'éther diéthylique (5.4) et d'éther de pétrole (5.3).
- 5.6 Éthanol** [$\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$] de fraction volumique en éthanol d'environ 77 %.

Dans une fiole jaugée de 50 ml, ajouter 40 ml \pm 2 ml d'éthanol à 96 % non dénaturé et compléter jusqu'au repère avec de l'eau.

- 5.7 Hydroxyde de sodium**, $c(\text{NaOH})$ environ égal à 1 mol/l.
- 5.8 Solution indicatrice.** Solution de phénolphtaléine [$\text{C}_{20}\text{H}_{14}\text{O}_4$] de fraction massique égale à 1 % (dans l'éthanol à 95 % à 96 %) ou autre indicateur ayant une zone de virage équivalente.

- 5.9 Acide trifluoroacétique** [CF_3COOH] dissous dans de l'éthanol à 95 % à 96 % (6,67 % en fraction volumique).

- 5.10 Acide propionique** [$\text{CH}_3\text{CH}_2\text{COOH}$] de pureté $\geq 99,5$ % en fraction massique.

- 5.11 Solution d'étalonnage.**

Peser, à 0,1 mg près, environ 400 mg d'acide propionique (5.10) et environ 100 mg d'acide valérique (5.1). Les dissoudre avec de l'éthanol en complétant jusqu'à 100 g (5.6).

6 Appareillage

AVERTISSEMENT — La détermination implique l'utilisation de solvants volatils inflammables. Tous les appareils électriques utilisés doivent être en sécurité relative aux dangers associés à l'utilisation de ces solvants.

Matériel courant de laboratoire et, en particulier, ce qui suit.

- 6.1 Instrument de broyage** ou de râpage.
- 6.2 Homogénéisateur/mixeur** (par exemple: Ultraturrax de type 251¹⁾), équipé d'un rotor.
- 6.3 Agitateur à vortex.**

1) L'Ultraturrax de type T251 est un exemple de produit approprié disponible sur le marché. Ces informations sont données à l'intention des utilisateurs du présent document et ne signifient nullement que l'ISO ou la FIL approuve ou recommande l'emploi exclusif du produit ainsi désigné.

6.4 Appareil d'extraction de type Soxhlet (pour solvants légers), équipé d'un chauffe-ballon.

Voir l'[Annexe A](#).

6.5 Ampoule à décanter, d'une capacité de 500 ml.

6.6 Évaporateur rotatif et système de régulation du vide.

6.7 Étuve de séchage, à une température d'environ 60 °C.

6.8 Balance analytique, d'une précision de 1 mg et d'un affichage de 0,1 mg.

6.9 Éprouvettes graduées, de 50 ml et 100 ml de capacité.

6.10 Fioles jaugées, d'une capacité de 50 ml.

6.11 Ballons en verre, d'une capacité d'environ 125 ml.

6.12 Ballons en verre, d'une capacité d'environ 250 ml.

6.13 Distributeurs, de 2,5 ml et 10 ml de capacité.

6.14 Chromatographe en phase gazeuse, équipé du matériel suivant.

(standards.iteh.ai)

6.14.1 Gaz vecteur, hydrogène, hélium ou azote, de pureté $\geq 99,999\ 7\ \%$.

ISO/TS 19046-1:2017

6.14.2 Colonne semi-capillaire de 30 m de longueur, 0,53 mm de diamètre intérieur, 2 μm d'épaisseur de film, contenant une phase stationnaire polaire de type polyéthylèneglycols modifiés [phase d'acide gras libre (FFAP), CarbowaxTM 2) ou équivalent.

6.14.3 Conditions de la chromatographie en phase gazeuse.

Les conditions suivantes se sont avérées convenir à la séparation correcte de l'acide propionique:

- débit de gaz vecteur: 7 ml/min;
- programme de température du four: température initiale de 80 °C pendant 0,5 min, augmentation jusqu'à 170 °C à une vitesse de 20 °C min⁻¹, maintien à cette température pendant 6,5 min.

Un exemple de profil CG obtenu dans ces conditions est illustré à l'[Annexe B](#).

6.14.4 Détecteur à ionisation de flamme, réglé à une température de 250 °C.

6.14.5 Injecteur avec injection dans la colonne («on column»), réglé à une température de 250 °C.

6.14.6 Seringue d'injection, d'une capacité de 10 μl .

6.14.7 Système d'intégration, de préférence informatisé.

6.15 Tubes en verre (munis de bouchons).

2) CarbowaxTM est un exemple de produit approprié disponible sur le marché. Ces informations sont données à l'intention des utilisateurs du présent document et ne signifient nullement que l'ISO ou la FIL approuve ou recommande l'emploi exclusif du produit ainsi désigné.