
NORME INTERNATIONALE



1854

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

Fromage de sérum — Détermination de la teneur en matière grasse (méthode de référence)

Première édition — 1972-12-15

34

CDU 637.325 : 543.85

Réf. N° : ISO 1854-1972 (F)

Descripteurs : produit agricole, produit animal, produit laitier, fromage, analyse chimique, dosage, corps gras.

Prix basé sur 3 pages

AVANT-PROPOS

ISO (Organisation Internationale de Normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (Comités Membres ISO). L'élaboration de Normes Internationales est confiée aux Comités Techniques ISO. Chaque Comité Membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du Comité Technique correspondant. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO, participent également aux travaux.

Les Projets de Normes Internationales adoptés par les Comités Techniques sont soumis aux Comités Membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes Internationales par le Conseil de l'ISO.

La Norme Internationale ISO 1854 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 34, *Produits agricoles alimentaires*.

Elle fut approuvée en octobre 1969 par les Comités Membres des pays suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	Inde	Royaume-Uni
Allemagne	Iran	Suède
Australie	Israël	Suisse
Belgique	Nouvelle-Zélande	Tchécoslovaquie
Brésil	Pays-Bas	Thaïlande
Corée, Rép. de	Pérou	Turquie
Egypte, Rép. arabe d'	Pologne	U.R.S.S.
Grèce	Portugal	
Hongrie	Roumanie	

Aucun Comité Membre n'a désapprouvé le document.

NOTE – Cette Norme Internationale a été élaborée conjointement avec la FIL (Fédération Internationale de Laiterie) et l'AOAC (Association des Chimistes Analytiques Officiels, USA) dans le but de l'introduire dans le Code de Principes FAO/OMS concernant le lait et les produits laitiers et les normes connexes.

Le texte, approuvé par les organismes sus-mentionnés, a été également publié par la FAO/OMS (Code de Principes, Norme N° B-10), par la FIL (Norme FIL 59) et par l'AOAC (Official Methods of Analysis, 11^{ème} Edition).

© Organisation Internationale de Normalisation, 1972 •

Imprimé en Suisse

2k R; N° 16.231

Fromage de sérum — Détermination de la teneur en matière grasse (méthode de référence)

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie ^{la} méthode de référence pour la détermination de la teneur en matière grasse du fromage de sérum.

2 RÉFÉRENCE

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

3 DÉFINITION

~~On entend par~~ matière grasse du fromage de sérum: les substances extraites ^{selon} la méthode décrite ^{dans la} présente Norme internationale et exprimée en pourcentage en masse.

4 PRINCIPE

Extraction de la matière grasse d'une solution ammoniac-éthanolique ~~de fromage de sérum~~, à l'aide d'oxyde diéthylique et d'éther de pétrole, évaporation des solvants et pesée du résidu. ^{selon le principe de} la méthode de Röse-Gottlieb.) ^{prise d'essai en} ^{cette technique est}

5 RÉACTIFS

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique et ne doivent pas laisser à l'évaporation de résidu plus important que celui prévu pour l'essai à blanc (voir 8.2). Le cas échéant, les solvants peuvent être distillés à nouveau en présence d'environ 1 g de graisse de beurre pour 100 ml de solvant. L'eau utilisée doit être de l'eau distillée ou de l'eau de pureté au moins équivalente.

5.1 Hydroxyde d'ammonium, solution à environ 25 % (m/m) de NH_3 (ρ_{20} environ 0,91 g/ml) ou solution plus concentrée, de concentration connue.

5.2 Éthanol, 94 à 97 % (V/V) ou, à défaut, éthanol dénaturé avec du méthanol, de l'éthyl-méthyl-cétone, du benzène ou de l'éther de pétrole.

1) 1 mbar = 0,1 kPa.

5.3 Oxyde diéthylique, exempt de peroxydes.

NOTES

1 Vérifier si l'oxyde diéthylique contient des peroxydes en ajoutant à 10 ml d'oxyde diéthylique contenus dans une petite éprouvette munie d'un bouchon en verre, et préalablement rincée avec un peu d'oxyde diéthylique, 1 ml d'une solution à 10 % d'iodure de potassium récemment préparée. Agiter et laisser reposer pendant 1 min. On ne doit pas constater l'apparition d'une couleur jaune au niveau de l'une des deux couches.

2 L'oxyde diéthylique peut être rendu et maintenu exempt de peroxydes par additions de zinc humide (pour un litre, environ 80 cm² de zinc en feuille, coupé en bandes assez longues pour atteindre au moins le milieu du récipient) immergé préalablement pendant 1 min dans une solution acide diluée de sulfate de cuivre, puis lavé à l'eau.

5.4 Éther de pétrole, distillant entre 30 et 60 °C.

5.5 Mélange de solvants, préparé peu de temps avant l'emploi en mélangeant des volumes égaux d'oxyde diéthylique (5.3) et d'éther de pétrole (5.4)

NOTE — On peut remplacer le mélange de solvants, là où son utilisation est prescrite, par de l'oxyde diéthylique ou par de l'éther de pétrole seul.

6 APPAREILLAGE

6.1 Balance analytique.

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

Traiter les bouchons en liège par épuisement avec de l'oxyde diéthylique puis avec de l'éther de pétrole. Les bouchons ainsi traités doivent être maintenus pendant au moins 20 min dans de l'eau à 60 °C minimum, puis refroidis dans l'eau afin d'en être imprégnés au moment de l'emploi.

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

6.4 Étuve, bien ventilée et munie d'un dispositif de réglage par thermostat (température réglée à 102 ± 2 °C)

ou

étuve à vide, température 70 à 75 °C, pression inférieure à 66 mbar (50 mmHg). ¹⁾

6.5 Matière destinée à faciliter l'ébullition, exempte de matière grasse, non poreuse et non friable, par exemple perles en verre ou morceaux de carbure de silicium.

NOTE — L'emploi de ces matières est facultatif, voir 8.3).

6.6 Bain d'eau à environ 100 °C.

6.7 Hachoir ou autre appareil approprié, facile à nettoyer, pour broyer l'échantillon de fromage.

6.8 Centrifugeuse, dans laquelle l'appareil d'extraction (6.2) peut être soumis à une rotation de 500 à 600 tr/min.

NOTES

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

2 Si l'on utilise une centrifugeuse non munie d'un moteur antidéflagrant, des étincelles peuvent se produire et il faut donc veiller tout particulièrement à éviter des explosions ou un risque d'incendie par suite de l'existence de vapeur de solvant en cas de rupture possible de l'appareil.

7 ÉCHANTILLONNAGE

Effectuer l'échantillonnage selon la méthode appropriée spécifiée en ISO/R 707.

8 MODE OPÉRATOIRE

8.1 Préparation de l'échantillon

Broyer l'échantillon avec l'appareil approprié (6.7); mélanger rapidement la masse broyée et, si possible procéder à un second broyage et mélanger à nouveau soigneusement. Nettoyer l'appareil de broyage après chaque échantillon. Si l'échantillon ne peut être broyé, procéder à un malaxage minutieux.

Conserver l'échantillon ainsi préparé dans un récipient étanche jusqu'au moment de l'analyse qui devrait être effectuée le même jour. Si un délai est inévitable, prendre toutes les précautions voulues pour garantir la bonne conservation de l'échantillon et empêcher la condensation de l'eau sur les parois intérieures du récipient.

8.2 Essai à blanc

En même temps que la détermination de la teneur en matière grasse de l'échantillon, effectuer un essai à blanc avec 10 ml d'eau distillée en utilisant le même type d'appareil d'extraction, les mêmes réactifs dans les mêmes proportions et en suivant le même mode opératoire que celui décrit en 8.3 et 8.5. Si le résultat de l'essai à blanc dépasse 0,000 5 g, il convient de vérifier les réactifs, et de remplacer ou purifier le ou les réactifs qui ne conviennent pas.

8.3 Préparation de la fiole

Sécher une fiole (6.3) (après y avoir éventuellement déposé les matières (6.5) facilitant une ébullition modérée au cours de l'évaporation du solvant) dans l'étuve (6.4) pendant 30

à 60 min. Laisser refroidir la fiole jusqu'à la température de la salle de la balance puis la peser une fois refroidie, à 0,000 1 g près.

8.4 Prise d'essai

Peser à 0,001 g près, environ 3 g de l'échantillon préparé, soit directement, soit par différence dans l'appareil d'extraction (6.2).

8.5 Détermination

8.5.1 Ajouter à la prise d'essai 10 ml d'eau et chauffer en plaçant l'appareil d'extraction dans le bain d'eau à 100 °C, en agitant légèrement, jusqu'à complète dispersion du fromage. Laisser reposer le récipient pendant 20 min sur le bain-marie.

Ajouter 2 ml de la solution d'hydroxyde d'ammonium (25 % *m/m*) ou un volume équivalent d'une solution plus concentrée (5.1), mélanger convenablement et refroidir, par exemple à l'eau courante.

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

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

Fermer en remplaçant le bouchon, agiter et retourner l'appareil à plusieurs reprises pendant 30 s. Si l'on ne prévoit pas de centrifugation lors de l'opération décrite plus loin, ne pas agiter trop énergiquement. Laisser l'appareil au repos jusqu'à ce que la couche liquide supérieure devienne limpide et soit distinctement séparée de la couche aqueuse. La séparation peut également être effectuée en utilisant une centrifugeuse appropriée (6.8).

8.5.3 Enlever le bouchon et le rincer, ainsi que l'intérieur du col de l'appareil, avec quelques millilitres du mélange de solvants (5.5), et laisser les liquides de rinçage couler dans l'appareil. Transvaser avec soin, aussi complètement que possible, la couche supérieure dans la fiole par décantation ou à l'aide d'un siphon (voir 8.3 et chapitre 10).

Rincer l'extérieur et l'intérieur du col de l'appareil ou les deux extrémités du siphon avec quelques millilitres du mélange de solvants. Laisser les liquides de rinçage de l'extérieur de l'appareil couler dans la fiole et ceux de l'intérieur du col ou du siphon, couler dans l'appareil d'extraction.

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

8.5.4 Procéder à une deuxième extraction en répétant les opérations décrites en 8.5.2 et 8.5.3 (y compris les rinçages) mais en utilisant seulement 15 ml d'oxyde diéthylique et 15 ml d'éther de pétrole.

8.5.5 Effectuer une troisième extraction en procédant comme pour la seconde extraction (voir 8.5.4) mais en omettant les rinçages finals.

8.5.6 Chasser avec soin par évaporation ou distillation le maximum de solvant (y compris l'éthanol). Si la fiole est de petite capacité, il faut éliminer un peu de solvant de la manière précitée après chaque extraction.

Quand il ne subsiste plus aucune odeur de solvant, chauffer la fiole, inclinée, pendant 1 h dans l'étuve (6.4). Laisser la fiole refroidir jusqu'à la température de la salle de la balance comme précédemment (voir 8.3) et peser à 0,000 1 g près. Répéter les opérations de chauffage pendant 30 à 60 min ainsi que de refroidissement et de pesée, jusqu'à ce que la masse ne diminue plus.

8.5.7 Ajouter 15 à 25 ml d'éther de pétrole pour vérifier si la matière extraite est ou non entièrement soluble. Chauffer légèrement et agiter le solvant par un mouvement rotatoire jusqu'à ce que toute la matière grasse soit en solution.

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

8.5.7.2 Si la matière grasse n'est pas entièrement soluble dans l'éther de pétrole ou en cas de doute, et toujours en cas de litige, extraire complètement la matière grasse contenue dans la fiole par des lavages répétés à l'éther de pétrole chaud, en laissant se déposer la matière non dissoute avant chaque décantation. Rincer trois fois l'extérieur du col de la fiole. Chauffer la fiole, inclinée, pendant 1 h à l'étuve (6.4), et la laisser refroidir jusqu'à la température de la salle de la balance comme précédemment (voir 8.3) et peser à 0,000 1 g près. La masse de la matière grasse est représentée par la différence entre la masse de la fiole contenant l'extrait total et cette masse finale.

8.5.8 Effectuer deux déterminations sur le même échantillon préparé.

9 EXPRESSION DES RÉSULTATS

9.1 Mode de calcul et formule

Si A est la fiole utilisée lors de l'extraction de la matière grasse du fromage de sérum,

B la fiole utilisée lors de l'essai à blanc,

le pourcentage, en masse, de matière grasse est égal à

$$\frac{(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)}{m_0} \times 100$$

où

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai;

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

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

m_3 est la masse, en grammes, de la fiole B après étuvage jusqu'à masse constante;

m_4 est la masse, en grammes, de la fiole B après chauffage initial (voir 8.3) ou, en cas de matière non dissoute, après chauffage final.

Prendre comme résultat la moyenne arithmétique des deux déterminations si les conditions de répétabilité sont remplies. (Voir 9.2.)

9.2 Répétabilité

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

10 NOTE SUR LE MODE OPÉRATOIRE

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

11 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

Le procès-verbal d'essai doit indiquer la méthode utilisée et le résultat obtenu. Il doit, en outre, mentionner tous les détails opératoires non prévus dans cette Norme Internationale ou facultatifs, ainsi que les incidents éventuels susceptibles d'avoir agi sur les résultats.

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

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1854:1972

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2608cf46-a7de-4ad4-b181-c57701a122e0/iso-1854-1972>



34

NORME INTERNATIONALE O 1854-1972 (F)/ERRATUM

Publié 1980-09-01

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

**Fromage de sérum — Détermination de la teneur en matière grasse
(méthode de référence)**

ERRATUM

Page de couverture intérieure

Remplacer la dernière ligne de la note par :

«Methods of Analysis, 12^e Édition, N^o 16.231).»

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1854:1972

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2608cf46-a7de-4ad4-b181-c57701a122e0/iso-1854-1972>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1854:1972

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2608cf46-a7de-4ad4-b181-c57701a122e0/iso-1854-1972>

