

NORME
INTERNATIONALE

ISO
19660

FIL 237

Première édition
2018-02

**Crème — Détermination de la teneur
en matière grasse — Méthode acido-
butyrométrique**

Cream — Determination of fat content — Acido-butyrometric method

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 19660:2018](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/81c0d1ab-e309-4ebf-b03a-70385954cf98/iso-19660-2018)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/81c0d1ab-e309-4ebf-b03a-70385954cf98/iso-19660-2018>



Numéros de référence
ISO 19660:2018(F)
FIL 237:2018(F)

© ISO et FIL 2018

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 19660:2018

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/81c0d1ab-e309-4ebf-b03a-70385954cf98/iso-19660-2018>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO et FIL 2018

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en oeuvre, 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, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
CP 401 • Ch. de Blandonnet 8
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

Publié en Suisse

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	3
8 Mode opératoire	4
8.1 Préparation de l'échantillon pour essai.....	4
8.2 Préparation de la prise d'essai.....	4
8.3 Dissolution des protéines.....	4
8.4 Centrifugation.....	4
8.5 Lecture.....	4
9 Expression des résultats	5
9.1 Méthode de calcul.....	5
9.2 Fidélité.....	5
9.2.1 Généralités.....	5
9.2.2 Répétabilité.....	5
9.2.3 Reproductibilité.....	5
10 Rapport d'essai	5
Annexe A (normative) Caractéristiques des butyromètres	6
Annexe B (normative) Caractéristiques du système de pesage	10
Annexe C (normative) Caractéristiques des bouchons	11
Annexe D (informative) Essai interlaboratoires	13
Bibliographie	14

ISO 19660:2018
 https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/81c0d1ab-c309-4ebf-b03a-7028597d-c981/iso-19660-2018
 iTeh STANDARD PREVIEW
 (standards.iteh.ai)

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 attirée 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/avant-propos.

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

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 sur 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. 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.

Le présent document a été élaboré par le Comité permanent de la FIL en charge des méthodes d'analyse de la composition, ainsi que par le comité technique ISO/TC 34, *Produits alimentaires*, sous-comité SC 5, *Lait et produits laitiers*. Il est publié conjointement par l'ISO et la FIL.

L'ensemble des travaux a été confié à l'équipe d'action ISO/FIL C20 du Comité permanent en charge des méthodes d'analyse de la composition, sous la conduite de son chef de projet, M. Philippe Trossat (FR).

ISO 19660:2018

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/81c0d1ab-e309-4ebf-b03a-70385954cf98/iso-19660-2018>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 19660:2018

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/81c0d1ab-e309-4ebf-b03a-70385954cf98/iso-19660-2018>

Crème — Détermination de la teneur en matière grasse — Méthode acido-butyrométrique

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode acido-butyrométrique pour déterminer la teneur en matière grasse de la crème. La méthode de référence reste la méthode gravimétrique (par extraction éthéroammoniacale) décrite dans l'ISO 2450 | FIL 16.

Cette méthode est applicable à la crème dont la teneur en matière grasse est comprise entre 20 % et 50 %:

- destinée à la fabrication du beurre;
- douce, non maturée et nonensemencée;
- crue ou ayant subi un traitement thermique;
- non homogénéisée;
- additionnée ou non de conservateur (bromo-2, nitro-2 propane diol 1-3 ou bronopol).

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 <https://www.iso.org/obp>

3.1

méthode acido-butyrométrique

technique conventionnelle qui, lorsqu'elle est appliquée à une crème dont la teneur en matière grasse est comprise entre 20 % et 50 %, donne une teneur en matière grasse exprimée en grammes pour 100 g de crème qui est équivalente à celle obtenue par la méthode de référence gravimétrique

4 Principe

Dissolution des protéines par ajout d'acide sulfurique, puis séparation de la matière grasse de la crème par centrifugation dans un butyromètre. La séparation est facilitée par l'ajout d'alcool amylique.

Détermination de la teneur en matière grasse en grammes pour 100 g de crème par lecture directe sur l'échelle du butyromètre.

La crème ne doit pas présenter d'anomalies physiques au moment de l'analyse.

5 Réactifs

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique reconnue et l'eau utilisée doit être de l'eau distillée ou de l'eau de pureté au moins équivalente.

5.1 Acide sulfurique concentré, masse volumique $\rho_{20} = 1,820 \text{ g/ml} \pm 0,005 \text{ g/ml}$, incolore ou à peine ambré, ne contenant aucune impureté susceptible d'influer sur le résultat.

5.2 Alcool amylique.

5.2.1 Composition

L'alcool amylique doit être composé d'au moins 98 % en volume d'alcools primaires méthyl-3 butanol-1 (point d'ébullition 131,4 °C) et méthyl-2 butanol-1 (point d'ébullition 128,0 °C), les seules impuretés tolérées pouvant être le méthyl-2 propanol-1¹⁾ et le butanol-1. Le rapport des deux isomères doit être de 91 % \pm 2 % de méthyl-3 butanol-1 à 9 % \pm 2 % de méthyl-2 butanol-1 dans le volume d'alcools primaires tel que défini ci-dessus.

Il doit être exempt de tous composés pouvant avoir une influence sur le résultat donné par la méthode acido-butyrométrique, tels que les alcools amyliques secondaires, le méthyl-2 butanol-2²⁾, le furfural, le pétrole et les dérivés du benzène. Seules des traces d'eau peuvent être tolérées.

5.2.2 Aspect physique

Limpide et incolore.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

5.2.3 Masse volumique

$\rho_{20} = 0,813 \text{ g/ml} \pm 0,005 \text{ g/ml}$ à 20 °C.

ISO 19660:2018

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/81c0d1ab-e309-4ebf-b03a-70385954cf98/iso-19660-2018>

5.2.4 Furfural et autres impuretés organiques

L'absence d'impuretés est mise en évidence si la couleur d'un mélange volume à volume d'alcool amylique et d'acide sulfurique reste jaune ou brun clair.

5.2.5 Intervalle de distillation

Lorsqu'elle est distillée à une pression de 1 013 mbar (760 mmHg), une fraction volumique supérieure ou égale à au moins 98 % doit être distillée en dessous de 132 °C, et une fraction volumique inférieure ou égale à 5 % en dessous de 128 °C. L'alcool ne doit laisser aucun résidu après distillation.

6 Appareillage

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

6.1 Balance analytique, précise à 1 mg près.

6.2 Butyromètre à crème, gradué de 0 % à 50 % conformément à l'[Annexe A](#), muni d'un système de pesage conformément à l'[Annexe B](#) et des bouchons appropriés conformément à l'[Annexe C](#).

6.3 Seringue, d'un volume de 5 ml environ ou pipette.

6.4 Système automatique ou pipette, permettant de délivrer 10,0 ml \pm 0,2 ml d'acide sulfurique ([5.1](#)).

1) Alcool iso-butylique.

2) Alcool amylique tertiaire.

6.5 Système automatique ou pipette, permettant de délivrer 1,00 ml ± 0,05 ml d'alcool amylique (5.2).

6.6 Centrifugeuse, dans laquelle les butyromètres peuvent être placés, munie d'un indicateur de vitesse donnant le nombre de tours par minute à ± 70 tr/min⁻¹ maximum près.

La centrifugeuse, lorsqu'elle est chargée, doit être capable d'exercer en 2 min une accélération centrifuge de (350 g ± 50 g) à l'extrémité extérieure du bouchon du butyromètre. Une telle accélération peut être obtenue avec des centrifugeuses ayant le rayon effectif (distance horizontale entre l'axe du centrifugeur et l'extrémité extérieure du bouchon du butyromètre) et fonctionnant à la fréquence de rotation indiquée dans le [Tableau 1](#).

NOTE Pour les centrifugeuses équipées d'un couvercle translucide, la vitesse de rotation peut être vérifiée à l'aide d'un tachymètre optique.

Tableau 1 — Correspondance entre le rayon effectif et la force centrifuge

Rayon effectif mm	Tours par minute	Accélération centrifuge ^a g
240	1 140	349
245	1 130	350
250	1 120	351
255	1 110	351
260	1 100	352
265	1 090	352
270	1 080	352
275	1 070	352
300	1 020	349
325	980	349

^a L'accélération centrifuge à l'extrémité du rayon d'une centrifugeuse est donnée par la formule:
 $1,12 RN^2 10^{-6}$
 où
 R est le rayon horizontal effectif, en millimètres;
 N est la vitesse de rotation, en tours par minute.

6.7 Bain d'eau pour butyromètres, muni d'un dispositif de thermorégulation, réglable à une température de 65 °C ± 2 °C et d'un dispositif permettant de maintenir les butyromètres en position verticale.

6.8 Bain d'eau, pouvant être maintenu à une température de 40 °C ± 2 °C.

6.9 Thermomètre, permettant de déterminer la température du bain d'eau à ± 1 °C.

7 Échantillonnage

L'échantillonnage ne fait pas partie de la méthode spécifiée dans le présent document. Une méthode d'échantillonnage recommandée est indiquée dans l'ISO 707|FIL 50[2].

Il est important que le laboratoire reçoive un échantillon représentatif qui n'a pas été endommagé ou modifié pendant le transport ou le stockage.

8 Mode opératoire

8.1 Préparation de l'échantillon pour essai

À l'aide du bain d'eau (6.8), amener l'échantillon pour essai à une température de $40\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$. Mélanger soigneusement mais doucement l'échantillon pour essai, en retournant plusieurs fois le récipient contenant l'échantillon, sans former de mousse ni provoquer de barattage.

Refroidir rapidement l'échantillon pour essai à environ 20 °C .

8.2 Préparation de la prise d'essai

Dans le système de pesage du butyromètre préalablement taré (6.2), peser $5\text{ g} \pm 0,005\text{ g}$ de l'échantillon prélevé à l'aide de la seringue (6.2). Placer le système de pesage dans le butyromètre. À l'aide du système automatique (6.4), introduire 10 ml d'acide sulfurique (5.1) en veillant à ne pas mouiller le col du butyromètre et en laissant s'écouler l'alcool le long de la paroi du tube du butyromètre.

À l'aide du système automatique (6.5), introduire 1 ml d'alcool amylique (5.2) dans le butyromètre, sans mouiller le col de ce dernier, ni mélanger les liquides, en laissant s'écouler l'alcool le long de la paroi du tube du butyromètre.

À l'aide d'une pipette, ajouter de l'eau (une quantité d'environ 6,5 ml à 7,0 ml est généralement suffisante), et à l'aide du bouchon inférieur, ajuster le niveau à la graduation 45, sans mélanger les liquides.

Boucher la partie supérieure du butyromètre.

8.3 Dissolution des protéines (standards.iteh.ai)

Agiter et retourner le butyromètre, le manipulateur étant convenablement protégé contre les risques de casse, jusqu'à ce que son contenu soit complètement mélangé, et jusqu'à dissolution complète des protéines. Le placer dans le bain d'eau (6.7) et l'y maintenir pendant 5 min.

8.4 Centrifugation

Placer le butyromètre dans la centrifugeuse (6.6). Centrifuger 5 min à température ambiante dès que la vitesse de rotation requise est atteinte.

8.5 Lecture

Retirer le butyromètre de la centrifugeuse et le placer, le bouchon large dirigé vers le bas, dans le bain d'eau (6.7) pendant 10 min; le niveau d'eau doit être au-dessus du sommet de la colonne de matière grasse.

Enlever le butyromètre du bain d'eau, le bouchon étant toujours dirigé vers le bas, et ajuster soigneusement avec le bouchon en le tirant pour amener l'extrémité inférieure de la colonne grasse avec le minimum de mouvement de cette colonne, dans l'axe du repère le plus proche, de préférence un trait de graduation principal (il est recommandé de choisir le trait de graduation 0 du butyromètre comme repère A).

Noter le trait de graduation (A) correspondant à la surface inférieure de la colonne de matière grasse puis, en prenant soin de ne pas bouger celle-ci, noter aussi rapidement que possible le trait de graduation (B) coïncidant avec le point le plus bas du ménisque du haut de la colonne de matière grasse.

Pendant la lecture, le butyromètre doit être maintenu et déplacé verticalement, afin de placer le point de lecture au niveau des yeux et d'éviter ainsi toute erreur de parallaxe (ne pas bouger la tête).

Il ne doit pas s'écouler plus de 10 s entre le retrait du butyromètre et la fin de la lecture.

S'il est nécessaire de vérifier le résultat obtenu, replacer le butyromètre dans le bain d'eau pendant environ 5 min, puis le retirer et réaliser les lectures comme indiqué dans le paragraphe précédent.

Si la matière grasse est trouble ou de couleur foncée, ou s'il y a un dépôt noir ou blanc en bas de la colonne de matière grasse, la valeur obtenue pour la teneur en matière grasse ne sera pas fiable.

Ne pas centrifuger une seconde fois. Le résultat obtenu risque d'être faux par excès.

9 Expression des résultats

9.1 Méthode de calcul

La teneur en matière grasse est exprimée en grammes pour 100 g de crème.

La teneur en matière grasse du lait est indiquée dans la [Formule \(1\)](#):

$$MG = B - A \quad (1)$$

où

A est la lecture faite à l'extrémité inférieure de la colonne de matière grasse;

B est la lecture faite à l'extrémité supérieure de la colonne de matière grasse.

9.2 Fidélité

9.2.1 Généralités

Les valeurs de répétabilité et de reproductibilité sont exprimées à un niveau de probabilité de 95 % et ont été obtenues à partir d'essais interlaboratoires conformément à l'ISO 5725-2.^[5] Les détails concernant les essais interlaboratoires sont récapitulés dans l'[Annexe D](#).

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/81c0d1ab-e309-4ebf-b03a-70385954cf98/iso-19660-2018>

9.2.2 Répétabilité

La différence entre deux résultats individuels, obtenus sur un produit identique soumis à essai par le même opérateur utilisant le même appareillage dans un court intervalle de temps, ne doit pas dépasser 0,35 g pour 100 g.

9.2.3 Reproductibilité

La différence entre deux résultats individuels et indépendants, obtenus par deux opérateurs travaillant dans des laboratoires différents sur un produit identique, ne doit pas dépasser 0,65 g pour 100 g.

10 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit indiquer la méthode utilisée et les résultats obtenus.

Il doit en outre mentionner tous les détails opératoires non spécifiés dans le présent document, ou considérés comme facultatifs, ainsi que les détails de tout incident éventuel pouvant avoir influencé les résultats.

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