
NORME INTERNATIONALE 2446

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

Lait — Détermination de la teneur en matière grasse (Méthode de routine)

Milk — Determination of fat content — (Routine method)

iTeh STANDARD PREVIEW
Première édition — 1976-10-15
(standards.iteh.ai)

ISO 2446:1976

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/23e2006e-af00-4454-8246-8cf681f03790/iso-2446-1976>

CDU 637.127.6

Réf. n° : ISO 2446-1976 (F)

Descripteurs : lait, analyse chimique, dosage, corps gras, méthode butyrométrique.

AVANT-PROPOS

L'ISO (Organisation Internationale de Normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (Comités Membres ISO). L'élaboration des 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 2446 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 34, *Produits agricoles alimentaires*, et a été soumise aux Comités Membres en juin 1975.

(standards.iteh.ai)

Elle a été approuvée par les Comités Membres des pays suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	Ghana	Pérou
Allemagne	Hongrie	Pologne
Autriche	Inde	Roumanie
Belgique*	Iran	Royaume-Uni
Canada	Irlande	Tchécoslovaquie
Égypte, Rép. arabe d'	Mexique	Thaïlande
Espagne	Nouvelle-Zélande	Turquie
France	Pays-Bas	Yougoslavie

* La Belgique a approuvé la Norme Internationale à l'exception toutefois des points b) et c) et notes 1 et 2 du chapitre 1, et des chapitres 12 et 13.

Le Comité Membre du pays suivant a désapprouvé le document pour des raisons techniques :

Israël

Lait — Détermination de la teneur en matière grasse (Méthode de routine)

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie une méthode de routine (la méthode Gerber) pour la détermination de la teneur en matière grasse du lait, et contient des directives pour la détermination de la capacité appropriée de la pipette à lait et pour les corrections à appliquer aux résultats si le lait n'a pas une teneur moyenne en matière grasse (voir 6.1). Le mode opératoire pour la vérification de la capacité de la pipette à lait est décrit en annexe.

La méthode est applicable au lait liquide, entier ou partiellement écrémé, cru ou pasteurisé. Avec des modifications, dont les détails sont donnés, elle est également applicable :

- au lait contenant des conservateurs (voir chapitre 11);
- au lait ayant subi un traitement d'homogénéisation, en particulier au lait stérilisé et au lait traité à température élevée (UHT) (voir chapitre 12);
- au lait écrémé (voir chapitre 13).

NOTES

1 Le résultat obtenu par le mode opératoire décrit au chapitre 12 (mode opératoire modifié pour le lait ayant subi un traitement d'homogénéisation) peut être légèrement excessif. Une étude ultérieure en vue d'obtenir un mode opératoire fiable pour ce type de lait est en cours.

2 Les travaux sont en cours pour la mise au point d'un mode opératoire pour le contrôle du lait écrémé en utilisant un butyromètre spécial de 0 à 0,5 % de matière grasse. Ce butyromètre conviendra mieux que le butyromètre de 0 à 4 % de matière grasse utilisé couramment pour le lait écrémé (voir chapitre 13).

2 RÉFÉRENCES

ISO/R 488, *Butyromètres pour la détermination de la teneur en matière grasse du lait par la méthode Gerber.*

ISO/R 707, *Lait et produits laitiers — Échantillonnage.*

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

NOTE — L'ISO/R 1211 est actuellement en cours de révision. La version révisée donnera une méthode Röse-Gottlieb de référence applicable à divers produits laitiers aussi bien qu'au lait liquide.

3 DÉFINITION

méthode Gerber : Technique empirique donnant, pour la teneur en matière grasse, une valeur exprimée en grammes pour 100 g de lait ou pour 100 ml de lait — selon la capa-

cité de la pipette à lait utilisée — qui est la même ou est dans un rapport connu avec celle obtenue par la méthode de référence (ISO/R 1211).

NOTE — Des déterminations comparatives périodiques par la méthode Gerber et par la méthode de référence doivent être effectuées en vue de s'assurer que la méthode Gerber satisfait à la définition ci-dessus (voir 10.4).

4 PRINCIPE

Séparation de la matière grasse du lait par centrifugation dans un butyromètre, après dissolution des protéines par l'acide sulfurique, la séparation de la matière grasse étant favorisée par l'addition d'une petite quantité d'alcool amylique. Le butyromètre est gradué de façon à permettre une lecture directe de la teneur en matière grasse.

5 RÉACTIFS

5.1 Acide sulfurique

5.1.1 Spécifications

L'acide sulfurique doit avoir une masse volumique, à 20 °C, de $1,816 \pm 0,004$ g/ml, ce qui correspond approximativement à $90,4 \pm 0,8$ % (m/m) H₂SO₄. L'acide doit être incolore ou sa couleur ne doit pas être plus foncée que l'ambre pâle, il ne doit pas contenir de matières en suspension et doit être trouvé apte à l'emploi lorsque les essais spécifiés en 5.1.2 sont effectués.

5.1.2 Contrôle de l'aptitude à l'emploi

5.1.2.1 BUT DU CONTRÔLE

Un acide sulfurique peut satisfaire aux conditions de 5.1.1 pour la masse volumique et la couleur et, néanmoins, ne pas convenir pour la méthode Gerber. En conséquence, contrôler l'aptitude à l'emploi de l'acide, avant utilisation, au moyen des essais comparatifs suivants, effectués avec un acide sulfurique étalon.

5.1.2.2 ACIDE SULFURIQUE ÉTALON

Ajouter de l'acide sulfurique de qualité analytique (par exemple H₂SO₄ à 98 % (m/m), ρ_{20} 1,84 g/ml) à de l'eau distillée ou à de l'eau de pureté au moins équivalente, afin

d'obtenir une solution ayant une masse volumique comprise dans les limites spécifiées en 5.1.1.

NOTE — On obtient environ 1 l d'acide sulfurique étalon par addition de 908 ml d'acide à 98 % (m/m) à 160 ml d'eau, en vérifiant la masse volumique de l'acide dilué avec un aréomètre convenable et en ajustant, si nécessaire, la masse volumique, par addition d'un faible volume d'eau ou d'acide à 98 % (m/m).

5.1.2.3 MODE OPÉRATOIRE POUR LES ESSAIS COMPARATIFS

Déterminer en double, par la méthode Gerber décrite, la teneur en matière grasse de quatre échantillons de lait entier ayant une teneur moyenne en matière grasse, en se servant de butyromètres dont les erreurs d'échelle sont inférieures à 0,01 % et de l'alcool amylique étalon (5.2.6.2). Utiliser, pour un des essais effectués en double, 10 ml de l'acide sulfurique à vérifier, et pour l'autre, 10 ml de l'acide sulfurique étalon (5.1.2.2). Conserver les butyromètres placés au hasard à partir du stade de l'agitation et pour toute la suite des opérations. Effectuer les lectures à 0,01 % près de matière grasse (lectures effectuées par deux personnes au moins). La valeur moyenne de la teneur en matière grasse, obtenue pour les quatre échantillons de lait avec l'acide sulfurique à vérifier, ne doit pas différer de plus de 0,015 % de matière grasse de la valeur moyenne obtenue avec l'acide sulfurique étalon.

5.2 Alcool amylique

5.2.1 Composition

L'alcool amylique doit comprendre au moins 98 % (V/V) d'alcools primaires (méthyl-3-butanol 1 et méthyl-2-butanol 1), les seules impuretés importantes tolérées étant le méthyl-2-propanol 1 et le butanol 1. Il doit être exempt de pentanols secondaires, de méthyl-2-butanol 2, de furfuraldéhyde, d'essence et de dérivés du benzène. L'eau ne doit être présente qu'à l'état de traces.

5.2.2 Aspect

L'alcool amylique doit être limpide et incolore.

5.2.3 Masse volumique

L'alcool amylique doit avoir une masse volumique, à 20 °C, de 0,808 à 0,818 g/ml.

5.2.4 Furfuraldéhyde et autres impuretés organiques

En ajoutant 5 ml de l'alcool amylique à 5 ml de l'acide sulfurique (5.1), on doit obtenir au plus une coloration jaune ou légèrement brune.

5.2.5 Intervalle de distillation

Sous une pression de 1 013 mbar* (760 mm de mercure), au moins 98 % (V/V) de l'alcool amylique doit distiller au-

dessous de 132 °C et pas plus de 5 % (V/V) ne doit distiller au-dessous de 128 °C. Après distillation, aucun résidu solide ne doit être présent.

NOTE — Si la pression atmosphérique est supérieure ou inférieure à 1 013 mbar lors de la distillation, les températures prescrites doivent être respectivement abaissées ou augmentées de 0,03 °C par mbar.

5.2.6 Contrôle de l'aptitude à l'emploi

5.2.6.1 BUT DU CONTRÔLE

Un alcool amylique peut satisfaire aux conditions de 5.2.1 à 5.2.5 et, néanmoins, ne pas convenir pour la méthode Gerber. En conséquence, contrôler l'aptitude à l'emploi de l'alcool amylique, avant utilisation, au moyen des essais comparatifs suivants effectués avec un alcool amylique étalon.

5.2.6.2 ALCOOL AMYLIQUE ÉTALON

Distiller un alcool amylique satisfaisant aux conditions de 5.2.1 à 5.2.5, en utilisant une colonne de fractionnement convenable, et recueillir une fraction ayant un intervalle de distillation de 2 °C entre 128 et 131,5 °C (voir note de 5.2.5). Effectuer les essais suivants sur cette fraction :

a) Lorsqu'elle est analysée par chromatographie gazeuse, cette fraction doit comprendre au moins 99 % (V/V) de méthyl-3-butanol 1 et de méthyl-2-butanol 1. Les impuretés autres que le méthyl-2-propanol 1 et le butanol 1 ne doivent être présentes qu'à l'état de traces.

b) Lorsqu'elle est fractionnée par distillation, les premiers et les derniers 10 % qui ont été recueillis, lorsqu'ils sont comparés selon le mode opératoire décrit en 5.2.6.3, doivent donner pour la teneur en matière grasse du lait des valeurs différant entre elles de moins de 0,015 % de matière grasse.

Si la fraction satisfait à la fois à ces deux essais, elle peut être considérée comme alcool amylique étalon. L'alcool amylique étalon peut être utilisé pendant plusieurs années, pourvu qu'il soit conservé à l'obscurité dans un endroit frais.

5.2.6.3 MODE OPÉRATOIRE POUR LES ESSAIS COMPARATIFS

Déterminer en double, par la méthode Gerber décrite, la teneur en matière grasse de quatre échantillons de lait entier ayant une teneur moyenne en matière grasse, en se servant de butyromètres dont les erreurs d'échelle sont inférieures à 0,01 % et de l'acide sulfurique étalon (5.1.2.2). Utiliser, pour un des essais effectués en double, 1 ml de l'alcool amylique à vérifier et, pour l'autre, 1 ml de l'alcool amylique étalon (5.2.6.2).

Conserver les butyromètres placés au hasard à partir du stade de l'agitation et pour toute la suite des opérations. Effectuer les lectures à 0,01 % près de matière grasse (lectures effectuées par deux personnes au moins).

* 1 mbar = 0,1 kPa

La valeur moyenne de la teneur en matière grasse obtenue pour les quatre échantillons de lait avec l'alcool amylique à vérifier ne doit pas différer de plus de 0,015 % de matière grasse de celle obtenue avec l'alcool amylique étalon.

NOTE — Au lieu de l'alcool amylique spécifié, il est possible d'utiliser un alcool amylique de synthèse ou de remplacement, éventuellement coloré, pourvu que l'expérience ait démontré que son utilisation ne provoquait pas de différences significatives dans les résultats de la détermination.

6 APPAREILLAGE

6.1 Pipette à lait

6.1.1 La pipette à lait doit être une pipette à un trait, type à réservoir, et sa capacité doit être définie par le volume, en millilitres, d'eau à 20 °C (27 °C dans les régions tropicales) délivré par la pipette lorsque sa vidange est effectuée comme décrit dans l'annexe.

La capacité de la pipette, déterminée par la méthode décrite en annexe, ne doit pas s'écarter de plus de 0,03 ml de la capacité nominale établie selon 6.1.3.

6.1.2 La capacité de la pipette à lait doit être telle que, quel que soit le mode d'expression des résultats adopté (voir chapitre 3), lorsque la pipette est utilisée comme décrit en 9.2, (c'est-à-dire en utilisant le sommet du ménisque de lait pour l'ajustage du lait au trait repère) la valeur obtenue pour la teneur en matière grasse concorde avec la valeur obtenue par la méthode de référence, en opérant sur du lait entier ayant une teneur en matière grasse équivalente à la moyenne acceptée pour les livraisons de lait dans le pays considéré.

NOTE — Il existe des pipettes à tiges aplaties qui permettent de voir le bas du ménisque de lait au cours du pipetage. Si de telles pipettes sont employées, leur capacité doit être telle que, lorsqu'elles sont utilisées avec un lait à teneur moyenne en matière grasse, les spécifications de 6.1.2 soient satisfaites.

6.1.3 Dans chaque pays, la capacité appropriée (voir 6.1.1 et 6.1.2) de la pipette à lait doit être établie en effectuant des déterminations comparatives par la méthode Gerber décrite et la méthode de référence (ISO/R 1211) sur un grand nombre de laits entiers couvrant une large gamme de teneurs en matière grasse. L'évaluation statistique des résultats de ces déterminations, conjuguée avec la connaissance de la teneur moyenne en matière grasse du lait dans le pays, doit être utilisée pour établir la capacité appropriée de la pipette à lait. Ces déterminations comparatives sur du lait entier, ainsi que ces mêmes déterminations sur du lait écrémé et du lait partiellement écrémé fourniront également, si nécessaire, ou si désiré, les corrections à appliquer aux valeurs Gerber lorsque le lait n'a pas une teneur moyenne en matière grasse. Pour ces déterminations comparatives, des butyromètres dont les erreurs d'échelle sont inférieures à 0,01 %, doivent être utilisés et les lectures effectuées à 0,01 % près.

6.1.4 Si la valeur de la teneur en matière grasse est exprimée en grammes de matière grasse pour 100 ml de lait, la base de comparaison avec la méthode de référence doit être spécifiée.

6.2 Butyromètre et bouchon, tels que décrits dans l'ISO/R 488.

NOTES

1 Utiliser un butyromètre ayant une étendue d'échelle appropriée à la teneur en matière grasse supposée de l'échantillon.

2 Avec les butyromètres à col cannelé, il est possible d'utiliser, soit des bouchons de sûreté, soit des bouchons en caoutchouc tronconiques ou biconiques.

Avec les butyromètres à col lisse, utiliser de préférence des bouchons de sûreté.

6.3 Mesureur automatique ou pipette de sûreté, permettant de délivrer $10,0 \pm 0,2$ ml de l'acide sulfurique (5.1).

6.4 Mesureur automatique ou pipette de sûreté, permettant de délivrer $1,00 \pm 0,05$ ml de l'alcool amylique (5.2).

6.5 Endroit protégé, pour l'agitation des butyromètres (6.2).

6.6 Centrifugeuse, dans laquelle les butyromètres peuvent être placés, munie d'un indicateur de vitesse donnant le nombre de tours à la minute à ± 50 tr/min maximum près, et de préférence à chargement vertical plutôt qu'horizontal.

La centrifugeuse utilisée doit être telle que la température du contenu du butyromètre, après centrifugation (voir 9.6) soit entre 30 et 50 °C.

La centrifugeuse, lorsqu'elle est chargée, doit être capable d'exercer en 2 min une accélération relative centrifuge de $350 \pm 50 g$ à l'extrémité du bouchon du butyromètre. Cette accélération est obtenue avec des centrifugeuses ayant le rayon effectif suivant (distance horizontale entre l'axe de la centrifugeuse et l'extrémité extérieure du bouchon du butyromètre) et fonctionnant à la vitesse indiquée :

Rayon effectif mm	Tours par minute ± 70 tr/min
240	1 140
245	1 130
250	1 120
255	1 110
260	1 100
265	1 090
270	1 080
275	1 070
300	1 020
325	980

NOTE — L'accélération relative centrifuge obtenue dans une centrifugeuse est donnée par la formule

$$1,12 \times 10^{-6} RN^2$$

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 les butyromètres, maintenu à la température de 65 ± 2 °C et permettant aux butyromètres (6.2) de rester en position verticale, les échelles entièrement immergées.

6.8 Thermomètre, approprié pour utilisation dans le bain d'eau (6.7).

6.9 Bain d'eau, si nécessaire, pour la préparation de l'échantillon (voir chapitre 8).

7 ÉCHANTILLONNAGE

Voir ISO/R 707.

8 PRÉPARATION DE L'ÉCHANTILLON POUR ESSAI

8.1 Porter l'échantillon pour laboratoire à une température comprise entre 20 et 30 °C, en utilisant un bain d'eau si nécessaire. Bien mélanger le lait, mais doucement, en retournant plusieurs fois le récipient contenant l'échantillon, sans toutefois causer un moussage excessif ou un baratage de la matière grasse. S'il y a des difficultés à disperser une couche de crème, ou si le lait présente un léger baratage, chauffer le lait lentement jusqu'à 35 à 40 °C dans un bain d'eau, en agitant doucement; si nécessaire, un appareil de mélange approprié peut être utilisé pour faciliter la dispersion de la matière grasse. Lorsqu'une répartition homogène de la matière grasse a été réalisée, ajuster rapidement la température du lait à 20 °C environ (27 °C environ dans les régions tropicales où la pipette à lait est étalonnée à cette température). Lorsque cette température finale est obtenue, laisser le lait reposer, afin de permettre aux bulles d'air de remonter. Normalement il suffit de 3 à 4 min, mais, si un appareil de mélange a été utilisé, cela peut demander jusqu'à 2 h, suivies par un nouvel ajustement de la température.

NOTE — Si, après la préparation de l'échantillon pour essai, des particules blanches sont visibles sur les parois du récipient contenant l'échantillon, ou si de la matière grasse liquide est visible à la surface de l'échantillon, il ne sera pas possible d'obtenir une valeur exacte pour la teneur en matière grasse.

8.2 Immédiatement après la préparation de l'échantillon pour essai, le mode opératoire décrit au chapitre 9, 11, 12 ou 13, selon le cas, doit être commencé et poursuivi sans interruption jusqu'au bout.

9 MODE OPÉRATOIRE POUR LES ÉCHANTILLONS DE LAIT ENTIER ET DE LAIT PARTIELLEMENT ÉCRÉMÉ

AVERTISSEMENT — En raison de la possibilité de projections accidentelles d'acide sulfurique, prendre les précautions convenables, par exemple en portant une visière de protection.

9.1 Mesurer, à l'aide du mesureur automatique ou de la pipette de sûreté (6.3), $10 \pm 0,2$ ml de l'acide sulfurique (5.1) et les introduire dans le butyromètre (6.2), en opérant de façon que l'acide ne mouille pas le col du butyromètre ou n'entraîne pas d'air.

9.2 Retourner doucement trois ou quatre fois le récipient contenant l'échantillon pour essai (chapitre 8) et introduire immédiatement dans le butyromètre le volume de lait requis mesuré de la manière suivante.

Aspirer le lait dans la pipette (6.1) jusqu'à ce que le niveau du lait soit légèrement au-dessus du trait repère et rendre l'extérieur de l'orifice d'évacuation de la pipette exempt de lait. Maintenir la pipette verticalement, le trait repère étant au niveau de l'œil et l'extrémité du tube d'écoulement effleurant le col du récipient contenant l'échantillon maintenue en position inclinée, puis laisser le lait s'écouler de la pipette jusqu'à ce que le sommet du ménisque du lait (et non pas le bas du ménisque qui est difficile à voir) coïncide avec le trait repère (voir note de 6.1.2).

Supprimer le contact entre le tube d'écoulement et le récipient contenant l'échantillon, puis, le butyromètre étant en position verticale et la pipette formant un angle de 45° avec l'extrémité du tube d'écoulement juste en dessous du bas du col du butyromètre, laisser le lait s'écouler doucement le long de la paroi interne du butyromètre, afin de former une couche au-dessus de la surface de l'acide, en évitant autant que possible tout mélange avec l'acide. Attendre 3 s après arrêt de l'écoulement, mettre en contact la pointe de la pipette avec le bas du col puis retirer la pipette. Prendre soin de ne pas mouiller le col du butyromètre avec du lait.

9.3 Mesurer à l'aide du mesureur automatique ou de la pipette de sûreté (6.4) $1 \pm 0,05$ ml de l'alcool amylique (5.2) et l'introduire dans le butyromètre. Ne pas mouiller le col du butyromètre avec l'alcool amylique et éviter, à ce stade, de mélanger les liquides dans le butyromètre.

9.4 Bien boucher le butyromètre sans perturber son contenu. Lorsqu'un bouchon biconique est utilisé, l'enfoncer jusqu'à ce que la partie la plus large soit au moins au niveau du haut du col. Lorsqu'un bouchon de sûreté est utilisé, l'enfoncer jusqu'à ce que le bourrelet soit en contact avec le col du butyromètre.

9.5 Agiter et retourner le butyromètre, convenablement protégé (6.5) pour le cas de casse ou de perte du bouchon, jusqu'à ce que son contenu soit bien mélangé, et jusqu'à ce que les protéines soient entièrement dissoutes, c'est-à-dire jusqu'à ce qu'il n'y ait plus de particules blanches.

9.6 Placer immédiatement le butyromètre dans la centrifugeuse (6.6). Amener la centrifugeuse à la vitesse requise pour avoir une accélération centrifuge relative de $350 \pm 50 g$, en 2 min, puis maintenir cette vitesse durant 4 min.

9.7 Retirer le butyromètre de la centrifugeuse en ajustant le bouchon, si nécessaire, pour amener la colonne de matière grasse dans la partie graduée. Placer le butyromètre, le bouchon dirigé vers le bas, dans le bain d'eau (6.7) à 65 ± 2 °C durant 3 min au moins et 10 min au plus; le niveau d'eau doit être au-dessus du sommet de la colonne de matière grasse.

9.8 Retirer le butyromètre du bain d'eau, et ajuster soigneusement le bouchon pour amener l'extrémité inférieure de la colonne grasse, avec le minimum de mouvement de cette colonne, à la partie supérieure d'un trait repère, de préférence un trait repère principal. Lorsqu'un bouchon plein est utilisé, opérer de préférence en tirant dessus et non en l'enfonçant de force dans le col. Lorsqu'un bouchon de sûreté est utilisé, insérer la clé et appliquer une pression suffisante pour faire monter la colonne dans la position désirée.

Noter le trait repère correspondant à l'extrémité inférieure de la colonne de matière grasse, puis, en ayant soin de ne pas bouger celle-ci, aussi rapidement que possible, noter le trait repère en haut de la colonne de matière grasse coïncidant avec le point le plus bas du ménisque. Effectuer la lecture au sommet de la colonne à la moitié du plus petit échelon près. Lorsqu'on fait les lectures, le butyromètre doit être tenu verticalement et l'œil doit être au niveau du point de lecture. Noter la différence entre les deux lectures (voir 10.1).

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

9.9 Si un contrôle du résultat obtenu est souhaitable, replacer le butyromètre dans le bain à 65 ± 2 °C (6.7) durant au moins 3 min et pas plus de 10 min, puis le retirer et faire à nouveau les lectures comme indiqué en 9.8.

10 EXPRESSION DES RÉSULTATS

10.1 Mode de calcul

La teneur en matière grasse du lait est

$$B - A$$

où

A est la valeur lue à l'extrémité inférieure de la colonne de matière grasse;

B est la valeur lue à l'extrémité supérieure de la colonne de matière grasse.

La teneur en matière grasse doit être exprimée en grammes de matière grasse pour 100 g de lait ou pour 100 ml de lait, selon que la capacité de la pipette a été choisie en vue du premier ou du second mode d'expression des résultats.

10.2 Répétabilité

Si deux déterminations sont effectuées simultanément ou rapidement l'une après l'autre par le même analyste, la différence entre les résultats ne doit pas être supérieure à une valeur correspondant à la moitié du plus petit échelon de l'échelle du butyromètre. Si des butyromètres avec des erreurs d'échelle inférieures à 0,01 % sont utilisés (par exemple, voir 6.1.3), la différence entre les résultats de deux déterminations obtenues comme décrit ne doit pas être supérieure à la valeur correspondante de la moitié du plus petit échelon.

10.3 Correction des résultats

Si la valeur obtenue est en dehors des limites dans lesquelles la pipette à lait utilisée donne des résultats en accord avec la méthode de référence, utiliser, si désiré, les corrections appropriées (voir 6.1.3).

10.4 Obtention d'une précision particulière

Pour les essais comparatifs prévus dans la note du chapitre 3 et pour d'autres cas particuliers qui demandent une valeur Gerber de la teneur en matière grasse aussi exacte que possible, utiliser un butyromètre dont les erreurs d'échelle sont inférieures à 0,01 % et effectuer la lecture du butyromètre à 0,01 % de matière grasse près. Appliquer, si nécessaire, une correction comme décrit en 10.3.

11 MODE OPÉRATOIRE MODIFIÉ POUR LE LAIT CONTENANT DES CONSERVATEURS

11.1 Le mode opératoire suivant s'applique au lait entier et au lait partiellement écrémé, cru ou pasteurisé, auquel des conservateurs ont été ajoutés (par exemple du dichromate de potassium, du chlorure de mercure(II) ou un mélange des deux). Ce mode opératoire est applicable pourvu que la concentration du conservateur dans le lait ainsi que la durée et les conditions du stockage du lait additionné de conservateurs soient telles que le résultat de la détermination soit le même que celui qui aurait été obtenu avec le lait frais ne contenant pas de conservateur.

Si le lait contenant des conservateurs est un lait ayant subi un traitement d'homogénéisation, suivre le mode opératoire décrit au chapitre 12 mais, si nécessaire, s'assurer de la dissolution complète des protéines au stade approprié du mode opératoire, selon ce qui est décrit en 11.4.

Si le lait contenant des conservateurs est un lait écrémé, suivre le mode opératoire décrit au chapitre 13, mais, si nécessaire, s'assurer de la dissolution complète des protéines au stade approprié du mode opératoire, selon ce qui est décrit en 11.4.

11.2 Utiliser les réactifs et l'appareillage décrits respectivement aux chapitres 5 et 6.

11.3 Préparer l'échantillon pour essai comme décrit au chapitre 8. Les laits contenant un agent conservateur nécessitent habituellement un léger réchauffement entre 35 et 40 °C, afin de permettre la dispersion complète de la couche de crème.

11.4 Suivre le mode opératoire décrit au chapitre 9. Pour les laits contenant des conservateurs, la dissolution des protéines (voir 9.5) peut présenter quelques difficultés. Dans ce cas, placer le butyromètre, le bouchon dirigé vers le bas, dans le bain d'eau (6.7) à 65 ± 2 °C, en l'agitant et en le retournant de temps en temps jusqu'à ce qu'il n'y ait plus de particules blanches visibles. Puis procéder selon 9.5 à 9.9 inclus.

NOTE — Si la dissolution des protéines nécessite plus de 10 min au bain d'eau, la méthode ne donnera pas un résultat exact et n'est pas applicable à l'échantillon.

11.5 Calculer la teneur en matière grasse comme décrit en 10.1. Appliquer les spécifications de 10.2, 10.3 et 10.4.

12 MODE OPÉRATOIRE MODIFIÉ POUR LE LAIT AYANT SUBI UN TRAITEMENT D'HOMOGENÉISATION (voir la note 1 du chapitre 1)

12.1 Utiliser les réactifs et l'appareillage décrits respectivement aux chapitres 5 et 6.

12.2 Préparer l'échantillon pour essai comme il est décrit au chapitre 8.

12.3 Suivre le mode opératoire décrit de 9.1 à 9.8 inclus et obtenir une première valeur pour la teneur en matière grasse.

NOTE — Lorsqu'une série d'échantillons est examinée simultanément, commencer la lecture du premier de la série au bout de 3 min. Après lecture, remettre chaque butyromètre dans le bain d'eau (6.7) à 65 ± 2 °C. Le nombre de butyromètres ne doit pas dépasser les possibilités de lecture dans les limites de temps données en 9.7.

12.4 Répéter les opérations décrites en 9.6, 9.7 et 9.8 et obtenir une seconde valeur pour la teneur en matière grasse. Si la seconde valeur n'excède pas la première obtenue de plus de la moitié du plus petit échelon, cette seconde valeur peut être retenue comme étant la teneur en matière grasse du lait.

12.5 Si la seconde valeur est supérieure à la première de plus de la moitié d'un échelon, répéter les opérations décrites en 9.6, 9.7 et 9.8 et obtenir une troisième valeur pour la teneur en matière grasse. Si la troisième valeur n'excède pas la seconde de plus de la moitié du plus petit échelon, la troisième peut être retenue comme étant la teneur en matière grasse du lait.

12.6 Si la troisième valeur obtenue est supérieure à la seconde de plus de la moitié d'un échelon, répéter les opérations décrites en 9.6, 9.7 et 9.8 et obtenir ainsi une quatrième valeur pour la teneur en matière grasse. Cette quatrième valeur doit être retenue comme étant la teneur en matière grasse du lait, mais si elle excède la troisième valeur obtenue de plus de la moitié du plus petit échelon, elle devra être considérée comme étant d'une exactitude douteuse.

12.7 Calculer la teneur en matière grasse comme il est décrit en 10.1. Appliquer les spécifications de 10.2, 10.3 et 10.4.

NOTE — Si, après plusieurs centrifugations, la matière grasse est trouble ou de couleur foncée, ou s'il y a un dépôt noir ou blanc au bas de la colonne de matière grasse, la valeur obtenue pour la teneur en matière grasse ne sera pas valable.

13 MODE OPÉRATOIRE MODIFIÉ POUR LES ÉCHANTILLONS DE LAIT ÉCRÉMÉ

13.1 Utiliser les réactifs et l'appareillage décrits respectivement aux chapitres 5 et 6; le butyromètre avec une échelle de 0 à 4 % doit être utilisé (voir note 2 du chapitre 1).

13.2 Préparer l'échantillon pour essai comme décrit au chapitre 8.

13.3 Suivre le mode opératoire décrit de 9.1 à 9.7 inclus. Retirer ensuite le butyromètre du bain d'eau, répéter immédiatement la centrifugation (9.6) et l'ajustement de température (9.7), puis effectuer la lecture du butyromètre comme décrit en 9.8 et 9.9.

13.4 Calculer la teneur apparente en matière grasse comme décrit en 10.1 et appliquer la correction appropriée déterminée par l'analyse statistique des résultats de déterminations comparatives effectuées sur des laits écrémés de différentes teneurs en matière grasse, par la méthode Gerber (chapitre 13) et la méthode de référence Röse-Gottlieb, ISO/R 1211 (voir 6.1.3).

Si la matière grasse dans le butyromètre est insuffisante pour qu'il soit possible d'effectuer la lecture de la graduation, il n'est pas possible d'effectuer le calcul décrit en 10.1, noter alors la teneur apparente en matière grasse de la façon suivante (à titre d'exemple) : «rien», «traces», «fraction de ménisque».

14 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

Le procès-verbal d'essai doit indiquer la méthode utilisée et les résultats obtenus, y compris :

- a) son mode d'expression;
- b) la capacité de la pipette à lait;
- c) l'échelle du butyromètre;
- d) si le résultat a été ou non corrigé comme décrit en 10.3, et si le mode opératoire de 10.4 a été suivi;
- e) toute observation mentionnant que les résultats sont d'une précision douteuse (par exemple, voir les notes de 8.1, de 9.8, 11.4 et 12.7, ainsi que 12.6).

Le procès-verbal d'essai doit également 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.

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

ANNEXE

MODE OPÉRATOIRE POUR LE CONTRÔLE DE LA CAPACITÉ DE LA PIPETTE À LAIT

- A.1** Effectuer les opérations suivantes à la température ambiante et avec de l'eau et une pipette à la température ambiante.
- A.2** Aspirer de l'eau distillée dans la pipette à lait soigneusement nettoyée, jusqu'à ce que le niveau de l'eau soit quelques millimètres au-dessus du trait repère, puis rendre la partie extérieure de la pointe d'évacuation de la pipette exempte d'eau. Maintenir la pipette verticalement, le trait repère étant au niveau de l'œil, et laisser l'eau s'écouler de la pipette jusqu'à ce que le point le plus bas du ménisque coïncide avec le trait repère. Éliminer l'eau adhérent à la pointe de la pipette en mettant provisoirement en contact l'extrémité de la pointe avec la partie interne d'un bécher maintenu en position inclinée.
- A.3** Maintenir la pipette verticalement, la pointe de la pipette effleurant l'intérieur d'une fiole à peser inclinée (préalablement tarée), et laisser l'eau s'écouler librement de la pipette jusqu'à cessation de l'écoulement. Ensuite, au bout de 3 s, supprimer le contact entre la pointe de la pipette et la fiole à peser, boucher la fiole, la peser et calculer la masse d'eau qui a été délivrée par la pipette. Noter la température de l'eau à 0,1 °C près. Au moyen de tables appropriées destinées au calibrage de la verrerie jaugée, calculer la capacité de la pipette, c'est-à-dire le volume, en millilitres, d'eau à 20,0 °C (27,0 °C dans les régions tropicales) qui a été délivré par la pipette.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2446:1976

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/23e2006e-af00-4454-8246-8cf681f03790/iso-2446-1976>