
NORME INTERNATIONALE **ISO** 2450



2450

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

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

Première édition — 1972-12-15

34

CDU 637.148 : 543.85

Réf. N° : ISO 2450-1972 (F)

Descripteurs : produit agricole, produit animal, produit laitier, crème, 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 2450 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 34, *Produits agricoles alimentaires*.

Elle fut approuvée en novembre 1971 par les Comités Membres des pays suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	Egypte, Rép. arabe d'	Nouvelle-Zélande
Allemagne	Espagne	Pays-Bas
Australie	France	Pologne
Autriche	Hongrie	Portugal
Belgique	Inde	Royaume-Uni
Brésil	Iran	Tchécoslovaquie
Chili	Israël	Turquie
Corée, Rép.dém.p. de	Malaisie	U.R.S.S.

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-15), par la FIL (Norme FIL 16A) et par l'AOAC (Official Methods of Analysis, 11th Edition, N° 16.11).

2 L E 238

© Organisation Internationale de Normalisation, 1972 •

Imprimé en Suisse



NORME INTERNATIONALE ISO 2450-1972 (F)/ERRATUM

Publié 1980-09-01

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

**Crème – 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° 16.138).»

Crème – Détermination de la teneur en matière grasse (méthode de référence)

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

1.1 Objet

La présente Norme Internationale spécifie une méthode de référence pour la détermination de la teneur en matière grasse de la crème.

1.2 Domaine d'application

La méthode est applicable à la crème brute, à la crème traitée et à la crèmeensemencée.

2 RÉFÉRENCE

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

3 DÉFINITION

On entend par **matière grasse de la crème**, les substances extraites par la méthode décrite.

La teneur en matière grasse est exprimée en pourcentage en masse.

4 PRINCIPE

Extraction de la matière grasse d'une solution ammoniac-éthanolique de crème, par l'oxyde diéthylique et l'éther de pétrole, évaporation des solvants et pesée du résidu (méthode dite de Röse-Gottlieb).

5 RÉACTIFS

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique et ne doivent pas donner de résidu supérieur à celui autorisé pour l'essai à blanc (voir 8.2). Si nécessaire, les solvants peuvent être redistillés en présence d'environ 1 g de matière grasse de beurre par 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 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 par 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 Pour le contrôle des peroxydes, à 10 ml d'oxyde diéthylique, ajouter dans une éprouvette munie d'un bouchon en verre, étroite et bouchée, préalablement rincée à l'oxyde diéthylique, 1 ml de solution fraîchement préparée d'iodure de potassium à 10 %. Agiter et laisser reposer pendant 1 min. Il ne doit être constaté de coloration jaune dans aucune des couches.

2 L'oxyde diéthylique peut être rendu et maintenu exempt de peroxydes par addition de zinc en feuilles, préalablement immergé pendant 1 min dans une solution acide diluée de sulfate de cuivre et ensuite lavé à l'eau. Il faut approximativement 80 cm² de feuille de zinc par litre et celui-ci doit être découpé en bandes assez longues pour arriver au moins à mi-hauteur du récipient.

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

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

NOTE – On peut remplacer ce mélange, lorsque son utilisation est prévue, par de l'oxyde diéthylique ou de l'éther de pétrole.

5.6 Chlorure de sodium (NaCl), solution à 5 g/l.

6 APPAREILLAGE

6.1 Balance analytique.

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

Traiter les bouchons en liège par extraction successive avec l'oxyde diéthylique et l'éther de pétrole. Les maintenir ensuite, pendant 20 min au moins dans l'eau à 60 °C minimum, et les refroidir dans l'eau, afin qu'ils soient complètement imprégnés au moment de l'emploi.

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

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

ou

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

6.5 Matières destinées à faciliter l'ébullition, exemptes de matière grasse, non poreuses, non friables à l'emploi, par exemple, billes en verre ou morceaux de carbure de silicium.

NOTE – L'utilisation de ces matières est facultative (voir 8.3).

6.6 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 une centrifugeuse non munie d'un moteur triphasé est utilisée, il peut se produire des étincelles et il est donc nécessaire de prendre des précautions pour éviter les explosions ou les incendies dus à la présence de vapeurs de solvant, dans le cas de rupture d'un tube.

7 ÉCHANTILLONNAGE

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

8 MODE OPÉRATOIRE

8.1 Préparation de l'échantillon

Amener l'échantillon à la température de 20 °C. Bien mélanger ou agiter la crème, mais pas trop vigoureusement, afin d'éviter un moussage excessif ou un barattage. Si la crème est très visqueuse, la chauffer entre 30 et 40 °C pour faciliter le mélange et refroidir ensuite rapidement l'échantillon à la température ambiante. Le récipient doit être découvert le moins longtemps possible, afin de réduire au minimum l'évaporation pendant l'agitation.

S'il n'est pas possible de réaliser un mélange parfait, ou si l'échantillon présente des signes évidents de barattage ou quelque autre caractère anormal, les résultats ne pourront pas être corrects.

8.2 Essai à blanc

En même temps que la détermination de la matière grasse de l'échantillon, effectuer un essai à blanc sur 10 ml d'eau distillée, en utilisant le même type d'appareil d'extraction, les mêmes réactifs dans les mêmes proportions et le même mode opératoire que celui décrit en 8.3 et 8.5. Si la valeur fournie par l'essai à blanc est supérieure à 0,000 5 g, les réactifs doivent être vérifiés et le ou les réactifs non purs doivent être purifiés ou remplacés.

8.3 Préparation de la fiole

Sécher la fiole (6.3) (après y avoir éventuellement déposé des matières (6.5) destinées à faciliter une ébullition modérée pendant l'élimination des solvants qui suit), à 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 à 0,000 1 g près.

8.4 Prise d'essai

Mélanger ou agiter l'échantillon préparé et peser immédiatement, à 0,001 g près, soit directement, soit par différence, dans l'appareil d'extraction (6.2), une quantité de l'échantillon préparé (selon la teneur en matière grasse de la crème) correspondant à une extraction de matière grasse entre 0,3 et 0,6 g.

8.5 Détermination

8.5.1 Ajouter à la prise d'essai 8 ml de la solution de chlorure de sodium (5.6) et mélanger soigneusement.

Ajouter 1,5 ml de la solution d'hydroxyde d'ammonium (25 % *m/m*), ou un volume équivalent d'une solution plus concentrée (5.1), et bien mélanger.

Ajouter 10 ml d'éthanol (5.2) et mélanger les liquides doucement, mais complètement dans l'appareil 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. Refroidir au besoin l'appareil sous l'eau courante. 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 l'appareil en remplaçant le bouchon, agiter et retourner l'appareil à plusieurs reprises pendant 30 s. Si l'on ne prévoit pas de centrifugation, 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 (6.6).

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 – Si l'on utilise un siphon, la couche supérieure peut être transvasée sans nouvelle agitation dans la fiole et les opérations de rinçage et de transvasement répétées.

8.5.4 Procéder à une deuxième extraction en répétant les opérations décrites en 8.5.2 et 8.5.3 (rinçages compris), 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 deuxième 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 faudra éliminer un peu de solvant de cette manière après chaque extraction.

Lorsqu'il ne subsiste plus aucune odeur de solvant, chauffer la fiole, en position 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 des périodes de 30 à 60 min, refroidissement et 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 sa masse initiale (voir 8.3).

8.5.7.2 Si la matière extraite 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, en position 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 de la crème, et

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

la teneur en matière grasse de l'échantillon, exprimée en pourcentage en masse est alors égale 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 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 matières non dissoutes, 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 matières non dissoutes, 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 de produit.

10 NOTE SUR LE MODE OPÉRATOIRE

Si le transvasement est fait par décantation, il peut être nécessaire d'ajouter un peu d'eau pour rehausser l'interface entre les deux couches afin 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 la présente Norme Internationale ISO 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 2450:1972

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8bf4fabf-87fd-449c-b189-68a12a184d6f/iso-2450-1972>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2450:1972

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8bf4fabf-87fd-449c-b189-68a12a184d6f/iso-2450-1972>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2450:1972

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8bf4fabf-87fd-449c-b189-68a12a184d6f/iso-2450-1972>