

NORME
INTERNATIONALE

ISO
23319
FIL 250

Première édition
2022-03

**Fromages et fromages fondus,
caséines et caséinates —
Détermination de la teneur en matière
grasse — Méthode gravimétrique**

*Cheese and processed cheese products, caseins and caseinates —
Determination of fat content — Gravimetric method*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 23319:2022

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/76e40fe5-1a8f-4a46-8b83-c1e24d0d9f6e/iso-23319-2022>



Numéros de référence
ISO 23319:2022(F)
FIL 250:2022(F)

© ISO et FIL 2022

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 23319:2022

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/76e40fe5-1a8f-4a46-8b83-c1e24d0d9f6e/iso-23319-2022>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO et FIL 2022

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, 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
Case postale 401 • Ch. de Blandonnet 8
CH-1214 Vernier, Genève
Tél.: +41 22 749 01 11
Fax: +41 22 749 09 47
E-mail: copyright@iso.org
Web: www.iso.org

International Dairy Federation
Silver Building • Bd Auguste Reyers 70/B
B-1030 Brussels
Tél.: + 32 2 325 67 40
Fax: + 32 2 325 67 41
E-mail: info@fil-idf.org
Web: 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	2
5 Réactifs	2
6 Appareillage	2
7 Échantillonnage	4
8 Préparation de l'échantillon pour essai	4
8.1 Fromage	4
8.2 Caséines et caséinates	5
9 Mode opératoire	5
9.1 Prise d'essai	5
9.2 Essai à blanc	5
9.3 Préparation du récipient de récupération de la matière grasse	5
9.4 Détermination	6
10 Calcul et expression des résultats	9
11 Fidélité	9
11.1 Essai interlaboratoires	9
11.2 Répétabilité	10
11.3 Reproductibilité	10
11.4 Rapport d'essai	10
Annexe A (informative) Modes opératoires supplémentaires	11
Annexe B (informative) Modèle de tube d'extraction de la matière grasse muni d'un siphon ou d'un dispositif d'aspiration par le vide	13
Annexe C (informative) Essai interlaboratoires sur les fromages	14
Annexe D (informative) Essai interlaboratoires sur les caséines et caséinates	15
Bibliographie	16

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.

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 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*, et par la Fédération internationale du lait (FIL), en collaboration avec le comité technique CEN/TC 302, *Lait et produits laitiers – Méthodes d'échantillonnage et d'analyse*, du Comité européen de normalisation (CEN) conformément à l'Accord de coopération technique entre l'ISO et le CEN (Accord de Vienne). Il est publié conjointement par l'ISO et la FIL.

Cette première édition annule et remplace l'ISO 1735 | FIL 5:2004 et l'ISO 5543 | FIL 127:2004, qui ont été fusionnées et ont fait l'objet d'une révision technique.

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse www.iso.org/fr/members.html.

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. 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 sauraient constituer un engagement.

Le présent document a été élaboré par le Comité permanent de la FIL chargé des *méthodes d'analyse de la composition* de la Fédération internationale du lait (FIL) et le comité technique ISO/TC 34, *Produits alimentaires*, sous-comité SC 5, *Lait et produits laitiers*, en collaboration avec le comité technique CEN/TC 302, *Lait et produits laitiers – Méthodes d'échantillonnage et d'analyse*, du Comité européen de normalisation (CEN) conformément à l'Accord de coopération technique entre l'ISO et le CEN (Accord de Vienne). Il est publié conjointement par l'ISO et la FIL. Il est publié conjointement par l'ISO et la FIL.

L'ensemble des travaux a été confié à l'équipe d'action ISO/FIL (C34) du comité permanent chargé des *méthodes d'analyse de la composition*, sous la conduite de son chef de projet, M. Philippe Trossat (FR).

23319-2022

Fromages et fromages fondus, caséines et caséinates — Détermination de la teneur en matière grasse — Méthode gravimétrique

AVERTISSEMENT — Le présent document peut impliquer l'utilisation de produits dangereux et la mise en œuvre de modes opératoires et d'appareillage à caractère dangereux. Le présent document n'est pas destiné à traiter de tous les problèmes de sécurité liés à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur du présent document d'établir, avant de l'utiliser, des pratiques d'hygiène et de sécurité et de déterminer l'applicabilité des restrictions réglementaires.

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode de détermination de la teneur en matière grasse de tous les types de fromage et de fromage fondu ayant des teneurs en lactose inférieures à 5 % (fraction massique) des solides non gras, et de tous les types de caséines et caséinates.

La méthode n'est pas applicable aux fromages frais contenant, par exemple, des fruits, du sirop ou du muesli. Pour ces produits, le principe de Schmid-Bondzynski-Ratzlaff (SBR) n'est pas applicable en raison de fortes concentrations en sucres. Pour ces produits, la méthode utilisant le principe de Weibull-Berntrop (voir l'ISO 8262-3 | IDF 124-3^[4]) est appropriée.

2 Références normatives

Les documents suivants sont cités dans le texte de sorte qu'ils constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 565, *Tamis de contrôle — Tissus métalliques, tôles métalliques perforées et feuilles électroformées — Dimensions nominales des ouvertures*

ISO 3889 | FIL 219, *Lait et produits laitiers — Spécifications des fioles d'extraction de la matière grasse, type Mojonner*

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:

— ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <https://www.iso.org/obp>

— IEC Electropedia: disponible à l'adresse <https://www.electropedia.org/>

3.1

teneur en matière grasse

fraction massique de substances, déterminée selon le mode opératoire spécifié dans le présent document

Note 1 à l'article: La teneur en matière grasse est exprimée en pourcentage en masse.

4 Principe

Digestion d'une prise d'essai avec de l'acide chlorhydrique puis ajout d'éthanol. Ensuite, extraction de la solution acido-éthanolique avec de l'éther diéthylique et de l'éther de pétrole. Élimination des solvants par distillation ou évaporation. Détermination de la masse des substances extraites, qui sont solubles dans l'éther de pétrole.

NOTE Ce principe est habituellement connu sous le nom de principe de Schmid-Bondzynski-Ratzlaff.

5 Réactifs

Sauf indication contraire, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue ainsi que de l'eau distillée ou déminéralisée, ou de l'eau de pureté équivalente. Les réactifs ne doivent pas laisser de résidu appréciable lorsque la détermination est effectuée selon la méthode décrite (voir [Annexe A](#)).

5.1 Acide chlorhydrique concentré, contenant une fraction massique de HCl d'environ 36 % ($\rho_{20} = 1,18$ g/ml).

5.2 Acide chlorhydrique dilué, contenant une fraction massique d'environ 25 % ($\rho_{20} = 1,125$ g/ml).

Diluer 675 ml d'acide chlorhydrique concentré ([5.1](#)) avec de l'eau jusqu'à 1 000 ml et mélanger, ou utiliser de l'acide chlorhydrique dilué s'il est disponible dans le commerce.

5.3 Éthanol, (C_2H_5OH), au moins 94 % (fraction volumique), ou éthanol dénaturé avec du méthanol, contenant une fraction volumique d'éthanol d'au moins 94 %, voir [A.5](#).

L'éthanol dénaturé autrement qu'avec du méthanol peut être utilisé pourvu que cela n'affecte pas les résultats de la détermination (voir [A.5](#)).

5.4 Éther diéthylique ($C_2H_5OC_2H_5$), exempt de peroxydes (voir [A.3](#)) et ne contenant pas ou pas plus de 7 mg/kg d'antioxydants (voir [A.4](#)).

5.5 Éther de pétrole, ayant un point d'ébullition compris entre 30 °C et 60 °C ou, en remplacement équivalent, pentane [$CH_3(CH_2)_3CH_3$], ayant un point d'ébullition de 36 °C.

5.6 Mélange de solvants, préparé juste avant emploi, en mélangeant des volumes égaux d'éther diéthylique ([5.4](#)) et d'éther de pétrole ([5.5](#)).

6 Appareillage

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

6.1 Balance analytique, permettant de peser à 1 mg près et ayant une précision de lecture de 0,1 mg.

6.2 Centrifugeuse, pouvant contenir les fioles ou les tubes d'extraction de matière grasse ([6.6](#) et [6.7](#)) et pouvant les soumettre à une accélération radiale comprise entre environ 80 *g* et 90 *g* à l'extrémité extérieure des fioles ou des tubes.

NOTE L'utilisation d'une centrifugeuse est facultative mais recommandée (voir [9.4.7](#)).

6.3 Appareil de distillation ou d'évaporation, permettant de distiller les solvants et l'éthanol des fioles de récupération de la matière grasse, ou de les évaporer des béciers et des capsules à une température n'excédant pas 100 °C.

6.4 Étuve à dessiccation, à chauffage électrique, munie d'ouïes de ventilation complètement ouvertes, réglable à une température de $102\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ uniforme en tous points, ou **étuve à dessiccation sous vide**, réglable à une température de $72,5\text{ °C} \pm 2,5\text{ °C}$ et à une pression inférieure à 66 mbar (50 mmHg). L'étuve à dessiccation doit être dotée d'un thermomètre approprié.

6.5 Bain d'eau bouillante ou plaque chauffante

6.6 Fioles d'extraction de la matière grasse, type Mojonnier, telles que décrites dans l'ISO 3889 | FIL 219.

6.7 Tubes d'extraction de la matière grasse

Il est également possible d'utiliser des tubes d'extraction de la matière grasse dotés d'un siphon ou d'un dispositif d'aspiration par le vide. Pour un exemple, voir le modèle à la [Figure B.1](#).

6.8 Bouchons

Les fioles ou les tubes ([6.6](#) et [6.7](#)) doivent être munis de bouchons constitués de matières diverses, telles que le liège, le caoutchouc siliconé, le polytétrafluoroéthylène (PTFE) ou le verre, inaltérables aux réactifs utilisés. Les bouchons en liège doivent être lavés à l'éther diéthylique ([5.4](#)) et maintenus dans l'eau à 60 °C ou plus pendant au moins 15 min. Ils doivent ensuite être mis à refroidir dans l'eau de façon à ce qu'ils en soient imprégnés au moment de l'emploi.

6.9 Support, pour maintenir les fioles ou les tubes d'extraction de la matière grasse.

6.10 Flacon de lavage, pour le mélange de solvants ([5.6](#)). Ne pas utiliser de flacon de lavage en plastique.

6.11 Récipients de récupération de la matière grasse

Par exemple:

- fioles à ébullition, à fond plat, d'une capacité de 125 ml à 250 ml;
- fioles coniques, d'une capacité de 250 ml;
- capsules métalliques.

Lorsqu'on utilise des capsules métalliques, elles doivent être de préférence en acier inoxydable, à fond plat, et doivent avoir un diamètre de 80 mm à 100 mm, avec une hauteur d'environ 50 mm. Ne pas utiliser de capsules en aluminium.

6.12 Régulateurs d'ébullition, exempts de matière grasse, en porcelaine non poreuse ou en carbure de silicium, ou billes de verre. L'utilisation de billes de verre est facultative dans le cas des capsules métalliques.

6.13 Éprouvettes graduées ou dispositifs de distribution, d'une capacité de 5 ml et de 25 ml.

6.14 Pipette graduée ou dispositif de distribution, d'une capacité de 10 ml.

6.15 Pincés métalliques, permettant de tenir les fioles, béchers ou capsules.

6.16 Feuilles de cellulose en film, sans défauts, solubles dans l'acide chlorhydrique, de 0,03 mm à 0,05 mm d'épaisseur et mesurant environ 50 mm × 75 mm. Les feuilles doivent être inertes dans les conditions d'essai.

6.17 Appareil pour broyer ou râper l'échantillon pour laboratoire, si nécessaire. Il convient que cet appareil ne développe ni un échauffement excessif, ni ne provoque une perte d'humidité. Ne pas utiliser un mortier.

6.18 Tamis de contrôle, en toile métallique tissée, de 200 mm de diamètre, d'une ouverture nominale de maille de 500 µm, avec réservoir, conforme aux exigences de l'ISO 565.

6.19 Récipient muni d'un couvercle, hermétique à l'air, de capacité telle que l'échantillon pour essai peut être mélangé en étant secoué.

6.20 Bécher ou fiole, d'une capacité de 100 ml.

7 Échantillonnage

Il convient d'envoyer un échantillon représentatif au laboratoire. Il convient qu'il ne soit ni endommagé ni modifié au cours du transport ou du stockage.

L'échantillonnage ne fait pas partie de la méthode spécifiée dans le présent document. Une méthode d'échantillonnage recommandée est donnée dans l'ISO 707 | IDF 50^[1].

Entre l'échantillonnage et le début du mode opératoire, les échantillons pour essai doivent être conservés à une température comprise entre 2 °C et 6 °C pour le fromage et à température ambiante pour les caséines et caséinates.

8 Préparation de l'échantillon pour essai

8.1 Fromage

Avant l'analyse, enlever la croûte, la morge ou la surface moisie du fromage, de manière à obtenir un échantillon pour essai représentatif du fromage.

Broyer ou râper l'échantillon pour essai en utilisant un appareil pour broyer ou râper approprié (6.17). Mélanger rapidement la masse moulue ou râpée et, si nécessaire pour les fromages à pâte dure ou semi-dure, la broyer une seconde fois et mélanger de nouveau soigneusement.

Dans le cas des fromages à pâte dure et à pâte semi-dure, qui doivent d'abord être broyés ou râpés, les couper de préférence en cubes d'environ 15 mm × 15 mm. Mélanger les cubes en les secouant dans un récipient et broyer ou râper l'échantillon préparé comme indiqué précédemment.

Nettoyer l'appareil après la préparation de chaque échantillon.

Si l'échantillon ne peut être ni broyé ni râpé, le mélanger soigneusement par malaxage approfondi, par exemple dans un mortier à l'aide d'un pilon. Il convient de veiller à éviter toute perte d'humidité.

Stocker l'échantillon préparé dans un récipient hermétique à l'air jusqu'au moment de l'analyse, laquelle doit être effectuée dans les plus brefs délais après le broyage.

Cependant, si un délai est inévitable, prendre toutes les précautions pour assurer une conservation adéquate de l'échantillon. En cas de réfrigération, ramener l'échantillon à température ambiante. Mélanger soigneusement l'échantillon pour pallier le transfert d'humidité dans le fromage qui se produit au cours du refroidissement et du réchauffement. S'assurer que toute condensation sur la surface interne du récipient est convenablement et uniformément réincorporée dans l'échantillon pour essai. Ne pas analyser de fromage broyé présentant un développement de moisissure non désiré ou des signes de détérioration.

Il convient que toutes les opérations de préparation d'échantillons soient effectuées de manière à réduire le plus possible les pertes d'humidité. Ces pertes d'humidité induisent une augmentation de la teneur en matière grasse apparente.

8.2 Caséines et caséinates

Mélanger soigneusement l'échantillon pour laboratoire, si nécessaire, après avoir transvasé le tout dans un récipient hermétique à l'air, de capacité appropriée, par rotations et retournements répétés du récipient.

Transvaser 50 g de l'échantillon pour laboratoire à travers le tamis de contrôle (6.18).

S'il ne passe pas complètement à travers le tamis, utiliser l'appareil de broyage pour permettre cette opération. Transvaser immédiatement tout l'échantillon tamisé dans le récipient (6.19) et mélanger soigneusement dans le récipient fermé. Pendant cette opération, prendre des précautions pour éviter tout changement de la teneur en eau du produit.

Si la portion de 50 g passe directement ou presque complètement à travers le tamis, utiliser cet échantillon pour essai pour la détermination.

Procéder à la détermination (voir 9.4) aussitôt que possible, dès que l'échantillon pour essai est prêt.

9 Mode opératoire

9.1 Prise d'essai

Mélanger l'échantillon pour essai en remuant doucement. Peser immédiatement, à 1 mg près, directement ou par différence, une quantité de 1 g à 3 g d'échantillon pour essai pour le fromage et une quantité de 2 g à 3 g pour les caséines et caséinates et les transférer dans une fiole d'extraction de la matière grasse (6.6 ou 6.7), un bécher ou une fiole de 100 ml (6.20).

Pour les fromages ayant une fraction massique de matière grasse supérieure à 30 %, adapter la masse à la prise d'essai de manière à obtenir une masse de matière grasse extraite comprise entre 750 mg et 1 000 mg.

La prise d'essai peut aussi être pesée sur une feuille de cellulose en film (6.16) qui est ensuite pliée et introduite dans le récipient choisi. Pour la fiole de type Mojonnier, introduire la prise d'essai aussi complètement que possible dans le bulbe inférieur (étroit) de la fiole d'extraction de la matière grasse.

9.2 Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc parallèlement à la détermination, en utilisant le même mode opératoire et les mêmes réactifs, mais sans la prise d'essai.

Lorsqu'un lot d'échantillons pour essai est analysé, le nombre de cycles de séchage peut varier d'un échantillon à l'autre. Si un blanc est utilisé pour tout le lot, s'assurer que la valeur du blanc, utilisée lors du calcul de la teneur en matière grasse d'un échantillon individuel, a été obtenue dans les mêmes conditions que celles de l'échantillon pour essai individuel.

Si la valeur obtenue dans l'essai à blanc dépasse régulièrement 1,0 mg, vérifier les réactifs si cela n'a pas été fait récemment (voir A.1). Les corrections faites pour des valeurs supérieures à 2,5 mg doivent être consignées dans le rapport d'essai (voir A.2).

9.3 Préparation du récipient de récupération de la matière grasse

Sécher le récipient de récupération de la matière grasse (6.11) contenant quelques régulateurs d'ébullition (6.12) pendant au moins 1 h dans l'étuve à dessiccation (6.4).

NOTE Les régulateurs d'ébullition sont nécessaires pour permettre une ébullition modérée au cours de l'élimination ultérieure du solvant, spécialement dans le cas des récipients en verre; leur emploi est facultatif dans le cas des capsules métalliques.