
NORME INTERNATIONALE 3433

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

Fromages — Détermination de la teneur en matière grasse — Méthode Van Gulik

Cheese — Determination of fat content — Van Gulik method

iTeh STANDARD PREVIEW
Première édition — 1975-07-15
(standards.iteh.ai)

[ISO 3433:1975](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f2540b2a-cfb0-4fca-a6df-46f73e122faa/iso-3433-1975)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f2540b2a-cfb0-4fca-a6df-46f73e122faa/iso-3433-1975>

CDU 637.32 : 543.851.2

Réf. n° : ISO 3433-1975 (F)

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

AVANT-PROPOS

L'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 3433 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 34, *Produits agricoles alimentaires*, et soumise aux Comités Membres en mars 1974.

Elle a été approuvée par les Comités Membres des pays suivants : 3433:1975

Afrique du Sud, Rép. d'	France	Royaume-Uni
Allemagne	Hongrie	Tchécoslovaquie
Autriche	Inde	Thaïlande
Belgique	Iran	Turquie
Bulgarie	Irlande	U.R.S.S.
Canada	Israël	Yougoslavie
Éthiopie	Pays-Bas	
Espagne	Pologne	

Aucun Comité Membre n'a désapprouvé le document.

Fromages – Détermination de la teneur en matière grasse – Méthode Van Gulik

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale décrit la méthode Van Gulik pour la détermination de la teneur en matière grasse des fromages.

Cette méthode est applicable à tous les types de fromages. Cependant, elle peut ne pas donner entièrement satisfaction lorsqu'elle est appliquée à des fromages à moisissures internes (fromages bleus). Voir note en 8.3.11.

2 RÉFÉRENCES

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

ISO/R 1735, *Fromages et fromages fondus – Détermination de la teneur en matière grasse (Méthode de référence)*.

ISO 2446, *Lait – Détermination de la teneur en matière grasse – Méthode Gerber*.¹⁾

ISO 3432, *Butyromètre pour la détermination de la teneur en matière grasse dans le fromage par la méthode Van Gulik*.

3 DÉFINITION

méthode Van Gulik: Technique conventionnelle qui, appliquée à un fromage, donne une teneur en matière grasse, exprimée en grammes pour 100 g de fromage, équivalente à celle obtenue par la méthode de référence (ISO/R 1735).

4 PRINCIPE

Après dissolution des protéines du fromage au moyen d'acide sulfurique, séparation de la matière grasse par centrifugation dans un butyromètre de Van Gulik, la séparation étant favorisée par l'addition d'une petite quantité d'alcool amylique.

Obtention de la teneur en matière grasse par lecture directe sur l'échelle du butyromètre.

5 RÉACTIFS

5.1 Acide sulfurique.

L'acide sulfurique doit avoir une masse volumique, à 20 °C, de $1,522 \pm 0,005$ g/ml, ce qui correspond à 61,72 à 62,63 % (m/m) de H₂SO₄. L'acide doit être incolore ou à peine ambré, et ne contenir aucune impureté pouvant agir sur le résultat.

5.2 Alcool amylique.

5.2.1 Composition

L'alcool amylique doit être composé d'au moins 98 % (V/V) d'alcools primaires méthyl-3 butanol-1 et méthyl-2 butanol-1, les seules impuretés notables 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. Seules des traces d'eau peuvent être tolérées.

5.2.2 Aspect

L'alcool amylique doit être clair 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

Un mélange de 5 ml d'alcool amylique et de 5 ml d'acide sulfurique (5.1) doit avoir au plus une couleur jaune ou légèrement brune.

5.2.5 Intervalle de distillation

Sous une pression de 1 013 mbar*, au moins 98 % (V/V) doit distiller au-dessous de 132 °C et pas plus de 5 % (V/V) en dessous de 128 °C. L'alcool ne doit laisser aucun résidu après distillation.

NOTE – Si, au cours de la distillation, la pression atmosphérique est inférieure ou supérieure à 1 013 mbar, les températures indiquées doivent être respectivement abaissées ou élevées de 0,03 °C/mbar.

1) Actuellement au stade de projet.

* 1 mbar = 0,1 kPa.

5.2.6 Essai de conformité

Un alcool amylique peut satisfaire aux exigences de 5.2.1 à 5.2.5 et n'être pas utilisable pour la méthode Van Gulik. En conséquence, vérifier, avant utilisation, l'aptitude à l'emploi de l'alcool amylique, au moyen des essais comparatifs suivants effectués avec un alcool amylique étalon.

5.2.6.1 ALCOOL AMYLIQUE ÉTALON

Distiller un alcool amylique satisfaisant aux exigences de 5.2.1 à 5.2.5, avec une colonne de fractionnement convenable, en prenant une fraction dans un intervalle de 2 °C entre 128,0 °C et 131,5 °C (voir note en 5.2.5). Effectuer les essais suivants sur cette fraction :

- a) Lorsqu'on la contrôle par chromatographie gaz-liquide, elle doit être composée d'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 distillée par fractionnement, les premiers 10 % et les derniers 10 % recueillis, lorsqu'ils sont comparés au moyen du mode opératoire décrit en 5.2.6.2, doivent donner des teneurs en matière grasse du lait ne différant pas de plus de 0,015 %.

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

5.2.6.2 MODE OPÉRATOIRE POUR LES ESSAIS COMPARATIFS

Déterminer en double, par la méthode Gerber décrite dans l'ISO 2446, la teneur en matière grasse de quatre échantillons de lait entier ayant une teneur moyenne en matière grasse, en se servant de butyromètres dont l'erreur de graduation a été déterminée, et d'acide sulfurique de qualité convenable. Dans un échantillon de chaque paire, utiliser 1 ml d'alcool amylique soumis à vérification, et dans l'autre, 1 ml d'alcool amylique étalon (5.2.6.1).

Conserver les butyromètres placés au hasard à partir de l'agitation jusqu'à la fin de l'opération. Effectuer les lectures (par deux personnes au moins) à 0,02 % de matière grasse près, et les corriger ensuite pour tenir compte des erreurs d'échelles des butyromètres.

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

NOTE — Au lieu de l'alcool amylique spécifié, on peut utiliser un alcool artificiel ou de remplacement, éventuellement coloré, pourvu qu'il soit reconnu satisfaisant aux essais selon le mode opératoire décrit en 5.2.6.2.

6 APPAREILLAGE

6.1 Butyromètre Van Gulik, conforme à l'ISO 3432.

6.2 Système de pesage, (voir ISO 3432) adaptable au gros bouchon du butyromètre. Une capsule, ou une feuille de matière plastique peut également être utilisée.

6.3 Pipette ou appareillage de mesurage automatique, permettant de délivrer l'acide sulfurique (5.1).

6.4 Pipette ou appareillage de mesurage automatique, permettant de délivrer 1 ± 0,05 ml d'alcool amylique (5.2).

6.5 Balance analytique.

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'à chargement horizontal.

La centrifugeuse, lorsqu'elle est chargée, doit être capable d'exercer en 2 min une accélération centrifuge relative de 350 ± 50 g à l'extrémité du bouchon du butyromètre. Une telle accélération centrifuge peut être obtenue avec des centrifugeuses ayant le rayon effectif suivant (distance horizontale entre l'axe de la centrifugeuse et l'extrémité extérieure des bouchons des butyromètres) 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 centrifuge relative obtenue dans une centrifugeuse est donnée par la formule

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

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 les butyromètres, capable d'être maintenu à la température de 65 ± 2 °C et permettant de maintenir les butyromètres (6.1) en position verticale, les échelles étant entièrement immergées.

6.8 Thermomètre approprié, destiné à vérifier la température du bain d'eau (6.7).

6.9 Râpe, ou autre appareil pour broyer le fromage.

7 ÉCHANTILLONNAGE

Voir ISO/R 707.

8 MODE OPÉRATOIRE

8.1 Préparation de l'échantillon pour essai¹⁾

Retirer avant l'analyse la croûte ou la partie superficielle tachée ou moisie du fromage, de façon à obtenir un échantillon représentatif du fromage, tel qu'il est consommé. Broyer l'échantillon avec un broyeur approprié (6.9). Mélanger rapidement la partie broyée et, si possible, broyer et mélanger soigneusement une seconde fois. Si l'échantillon ne peut pas être broyé, le mélanger avec soin en le pétrissant énergiquement.

Transférer l'échantillon pour essai dans un récipient étanche à l'air en attendant l'analyse, qui doit être effectuée le jour même. Si un délai est inévitable, prendre toutes les précautions pour conserver l'échantillon de façon convenable et pour éviter la condensation de la vapeur d'eau à l'intérieur du récipient.

Nettoyer l'appareil de broyage après avoir broyé chaque échantillon.

8.2 Prise d'essai

Peser, à 0,005 g près, 3 g de l'échantillon pour essai (8.1) dans un système de pesage adapté à un bouchon approprié (6.2) ou dans une capsule, ou sur une feuille de matière plastique.

8.3 Détermination

8.3.1 Si l'on utilise un système de pesage adapté à un bouchon, fermer le col du butyromètre (6.1) avec ce bouchon muni du système de pesage contenant la prise d'essai et ajouter de l'acide sulfurique (5.1) par l'ouverture étroite jusqu'à ce que le niveau de l'acide atteigne une hauteur d'environ les deux tiers de la chambre du butyromètre et que le système de pesage soit complètement recouvert d'acide sulfurique.

Si l'on n'utilise pas le système de pesage, fermer l'ouverture étroite du butyromètre (6.1) avec le petit bouchon et introduire l'acide sulfurique par le col jusqu'à ce que le niveau de l'acide atteigne une hauteur d'environ la moitié de la chambre.

Transvaser le fromage dans le butyromètre. Dans le cas d'utilisation d'une feuille de matière plastique, introduire le fromage avec la feuille. Fermer le col avec le gros bouchon, retourner le butyromètre et enlever le petit bouchon.

8.3.2 Placer le butyromètre, col en bas (c'est-à-dire large ouverture) durant 5 min, dans le bain d'eau (6.7), à 65 ± 2 °C.

8.3.3 Retirer le butyromètre du bain d'eau et l'agiter énergiquement durant 10 s.

8.3.4 Répéter les opérations décrites en 8.3.2 et 8.3.3 jusqu'à ce que les protéines soient complètement dissoutes. En général, 1 h est nécessaire pour atteindre ce résultat. Poursuivre ces opérations durant 15 min après que les protéines aient été dissoutes.

NOTE – Il est possible d'utiliser un appareil d'agitation mécanique pour autant qu'il donne les mêmes résultats qu'avec l'agitation manuelle spécifiée ci-dessus.

8.3.5 Retirer le butyromètre du bain d'eau et, après avoir soigneusement agité, ajouter 1 ml d'alcool amylique (5.2) par l'ouverture étroite. Agiter immédiatement durant au moins 3 s.

8.3.6 Ajouter de l'acide sulfurique par l'ouverture étroite jusqu'à ce que le niveau atteigne le trait repère 35 % de l'échelle. Fermer immédiatement avec le petit bouchon et retourner le butyromètre.

8.3.7 Agiter le butyromètre énergiquement durant 10 s dès que la matière grasse est montée dans la chambre du butyromètre. Retourner à nouveau de façon que l'acide s'écoule de la tige. Répéter deux fois les opérations de retournement et d'agitation.

8.3.8 Placer le butyromètre, col en bas, dans le bain d'eau durant 5 min, le niveau de l'eau étant maintenu au-dessus du sommet de la colonne de matière grasse dans le butyromètre.

8.3.9 Retirer le butyromètre du bain d'eau, ajuster le gros bouchon de façon à amener la colonne de matière grasse dans la partie graduée, et centrifuger le butyromètre durant 10 min, à une accélération centrifuge relative de 350 ± 50 g.

8.3.10 Placer le butyromètre, col en bas, dans le bain d'eau durant 5 min, le niveau de l'eau étant maintenu au-dessus du sommet de la colonne de matière grasse dans le butyromètre.

8.3.11 Retirer le butyromètre du bain d'eau et ajuster soigneusement le gros bouchon afin d'amener l'extrémité inférieure de la colonne de matière grasse, en la déplaçant au minimum, à un trait repère et, de préférence, à un trait repère chiffré. Opérer de préférence en tirant légèrement sur le bouchon et non en l'enfonçant à force dans le col. Noter le trait repère coïncidant avec l'extrémité inférieure de la colonne de matière grasse, puis, en ayant soin de ne pas bouger celle-ci, noter aussi rapidement que possible le trait repère coïncidant avec le point le plus bas du ménisque situé au sommet de la colonne de matière grasse; cette lecture doit être faite à la moitié du plus petit échelon près (0,25 %).

1) Dans les normes nationales, des exigences spéciales peuvent être données pour la préparation de l'échantillon de tel ou tel type de fromage.

Pendant les lectures, le butyromètre doit être tenu verticalement et l'œil doit être au niveau du point de lecture.

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 exacte.

9 EXPRESSION DES RÉSULTATS

9.1 Mode de calcul

La teneur en matière grasse, exprimée en grammes pour 100 g de fromage, est égale à

$$B - A$$

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 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 une valeur correspondant à un échelon (0,50 %).

9.3 Correction des résultats

Si les résultats obtenus par cette méthode sont corrigés afin de correspondre aux résultats obtenus par la méthode de référence (voir ISO/R 1735), cela doit être clairement indiqué dans le procès-verbal d'essai.

10 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

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

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

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 3433:1975](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f2540b2a-cfb0-4fca-a6df-46f73e122faa/iso-3433-1975)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f2540b2a-cfb0-4fca-a6df-46f73e122faa/iso-3433-1975>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3433:1975

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f2540b2a-cfb0-4fca-a6df-46f73e122faa/iso-3433-1975>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3433:1975

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f2540b2a-cfb0-4fca-a6df-46f73e122faa/iso-3433-1975>