NORME INTERNATIONALE

ISO 17678

FIL 202

Deuxième édition
2019-05

Lait et produits laitiers — Détermination de la pureté des matières grasses laitières par analyse chromatographique en phase gazeuse des triglycérides

Milk and milk products — Determination of milk fat purity by gas chromatographic analysis of triglycerides

Numéros de référence
ISO 17678:2019(F)
FIL 202:2019(F)

© ISO et FIL 2019



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO et FIL 2019

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 ... **2**

3 Termes et définitions ... **2**

4 Principe ... **3**

5 Réactifs ... **3**

6 Appareillage ... **4**

7 Échantillonnage ... **5**

8 Mode opératoire ... **5**
8.1 Préparation des échantillons pour essai ... 5
8.1.1 Généralités ... 5
8.1.2 Séparation des matières grasses laitières du beurre ou de l'huile de beurre ... 5
8.1.3 Extraction conformément à la méthode gravimétrique de Röse–Gottlieb ... 6
8.1.4 Extraction du lait au moyen de colonnes de gel de silice ... 6
8.1.5 Extraction à partir de fromage ... 6
8.2 Préparation de l'échantillon de matière grasse ... 6
8.3 Analyse chromatographique des triglycérides ... 7
8.3.1 Dérive de la ligne de base ... 7
8.3.2 Technique d'injection ... 7
8.3.3 Étalonnage ... 7
8.3.4 Conditions chromatographiques ... 8

9 Intégration, évaluation et contrôle de la performance analytique ... **9**

10 Calcul et expression des résultats ... **11**
10.1 Composition des triglycérides ... 11
10.1.1 Calcul ... 11
10.1.2 Expression des résultats d'essai ... 11
10.2 Valeurs de *S* ... *12*
10.2.1 Calcul ... 12
10.2.2 Expression des résultats d'essai ... 12
10.3 Détection des matières grasses étrangères ... 12

11 Fidélité ... **13**
11.1 Essai interlaboratoires ... 13
11.2 Répétabilité ... 13
11.3 Reproductibilité ... 13

12 Rapport d'essai ... **14**

Annexe A (normative) **Préparation de la colonne remplie** ... **15**

Annexe B (informative) **Quantification des matières grasses étrangères** ... **19**

Annexe C (informative) **Incertitude de mesure** ... **21**

Annexe D (informative) **Essai interlaboratoires** ... **22**

Bibliographie ... **25**

© ISO et FIL 2019 – Tous droits réservés

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 la Fédération internationale du lait (FIL). Il est publié conjointement par l'ISO et la FIL.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 17678 | FIL 202:2010) qui a fait l'objet d'une révision technique. Les principales modifications par rapport à l'édition précédente sont les suivantes:

— le Domaine d'application a été réduit afin d'exclure les matières grasses laitières issues de pratiques d'alimentation spéciales et de lactosérum;

— le Domaine d'application a été étendu afin d'inclure les matières grasses laitières issues de fromages présentant une faible lipolyse;

— les Références normatives ont été actualisées afin de refléter le domaine d'application modifié;

— une méthode a été ajoutée pour l'extraction des matières grasses à partir de fromage;

— la Bibliographie a été étendue.

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.

© ISO et FIL 2019 – Tous droits réservés

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*. Il est publié conjointement par l'ISO et la FIL.

Le travail a été confié à l'Équipe d'action conjointe ISO/FIL C23, du Comité permanent de la FIL chargé des *Méthodes d'analyse de la composition*, sous la conduite de son chef de projet, M. J. Molkentin (DE).

© ISO et FIL 2019 – Tous droits réservés

Lait et produits laitiers — Détermination de la pureté des matières grasses laitières par analyse chromatographique en phase gazeuse des triglycérides

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode de référence pour la détermination de la pureté des matières grasses laitières par analyse chromatographique en phase gazeuse des triglycérides. La méthode utilise les différences d'empreintes des triglycérides présents dans les matières grasses laitières par rapport aux empreintes des triglycérides individuels des autres matières grasses et huiles pour déterminer des échantillons se situant en dehors de la plage normalement observée pour les matières grasses laitières. Cela est réalisé en utilisant les formules de triglycérides définies basées sur la somme pondérée normalisée des pics de triglycérides individuels, qui sont sensibles à l'intégrité du lait[6][7]. L'intégrité des matières grasses laitières peut être déterminée en comparant les résultats de ces formules à ceux précédemment observés pour une gamme d'échantillons de matières grasses laitières pures[12]. Il est possible de détecter des matières grasses d'origines végétale et animale telles que la graisse de bœuf et le saindoux.

La méthode s'applique au lait en vrac, ou aux produits laitiers dérivés, indépendamment de la variation des pratiques d'alimentation courantes et des conditions d'élevage ou de lactation. Elle s'applique en particulier aux matières grasses extraites de produits laitiers supposés contenir des matières grasses laitières pures, présentant une composition non modifiée, comme le beurre, la crème, le lait et le lait en poudre.

Un résultat faux positif pouvant être obtenu, la méthode n'est pas applicable à la matière grasse laitière liée aux circonstances listées ci-après:

a) issue de lait de bovin autre que le lait de vache;

b) issue de vaches individuelles;

c) issue de vaches dont l'alimentation contenait une proportion particulièrement élevée d'huiles végétales telles que l'huile de colza, l'huile de coton ou de palme, etc.;

d) issue de vaches souffrant d'une grave sous-alimentation (puissant déficit énergétique);

e) issue du colostrum;

f) soumise à un traitement technologique tel que l'élimination du cholestérol ou le fractionnement;

g) issue du lait écrémé, du lait battu (babeurre) ou du lactosérum;

h) issue de fromages présentant une lipolyse importante;

i) extraite selon les méthodes Gerber, Weibull–Berntrop ou Schmid–Bondzynski–Ratzlaff, ou isolée au moyen de détergents [par exemple méthode BDI (Bureau of Dairy Industries)].

Avec les méthodes d'extraction spécifiées en i), d'importantes quantités de glycérides ou phospholipides partiels peuvent passer dans la phase grasse.

NOTE 1 Dans la nature, l'acide butyrique (*n*-butanoïque) (C4) se trouve exclusivement dans les matières grasses laitières et permet d'effectuer des estimations quantitatives de petites et moyennes quantités de matières grasses laitières dans les graisses végétales et animales. En raison de la grande variation de C4, pour lequel la fraction massique est comprise approximativement entre 3,1 % et 3,8 % de la matière grasse, des informations qualitatives et quantitatives peuvent difficilement être fournies lorsque le rapport des matières grasses étrangères aux matières grasses laitières pures atteint jusqu'à 20 % en fraction massique[11].

© ISO et FIL 2019 – Tous droits réservés

NOTE 2 Dans la pratique, des résultats quantitatifs ne peuvent pas être déduits de la teneur en stérols des matières grasses végétales, étant donné que celles-ci sont fonction des conditions de production et de traitement. En outre, la détermination qualitative de matières grasses étrangères au moyen de stérols est ambiguë.

NOTE 3 En raison de pratiques d'alimentation spéciales telles que liées à c) et d), des résultats faux positifs ont parfois été signalés pour le lait provenant de certaines régions d'Asie[15]. En outre, l'alimentation à base d'herbe uniquement, comme c'est le cas dans les régions montagneuses et en particulier dans les pâturages d'altitude, peut parfois entraîner des résultats faux positifs, ce qui peut être justifié par une teneur en acide linoléique conjugué (C18:2 c9t11) ≥ 1,3 % de la fraction massique[16][17]. Néanmoins, les résultats conformes aux critères de pureté des matières grasses laitières spécifiés dans la présente norme sont acceptés, même si les échantillons ont sans aucun doute été produits dans les conditions indiquées dans cette note, y compris celles décrites en h).

NOTE 4 Dans les cas où il est suspecté qu'un résultat positif soit causé par des circonstances liées à c) ou d), une autre méthode analytique, comme l'analyse des acides gras ou des stérols, peut être appliquée pour confirmer le résultat. En raison de limites similaires ou accrues (par exemple, comme décrit dans NOTE 1 et NOTE 2), un résultat négatif obtenu par une autre méthode n'est en revanche pas approprié pour confirmer la pureté des matières grasses laitières.

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 1211 | FIL 1, *Lait — Détermination de la teneur en matière grasse — Méthode gravimétrique (Méthode de référence)*

ISO 1740 | FIL 6, *Produits à matière grasse laitière et beurre — Détermination de l'acidité de la matière grasse (Méthode de référence)*

ISO 1736 | FIL 9, *Lait sec et produits à base de lait sec — Détermination de la teneur en matière grasse — Méthode gravimétrique (Méthode de référence)*

ISO 2450 | FIL 16, *Crème — Détermination de la teneur en matière grasse — Méthode gravimétrique (Méthode de référence)*

ISO 3696, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai*

ISO 7328 | FIL 116, *Glaces de consommation et préparations pour glaces à base de lait — Détermination de la teneur en matière grasse — Méthode gravimétrique (Méthode de référence)*

ISO 14156 | FIL 172, *Lait et produits laitiers — Méthodes d'extraction des lipides et des composés liposolubles*

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 http://www.electropedia.org/

© ISO et FIL 2019 – Tous droits réservés

3.1
pureté des matières grasses laitières
absence de graisses végétales et animales déterminée selon le mode opératoire spécifié dans le présent document

Note 1 à l'article: La pureté est déterminée à l'aide de valeurs de *S* qui sont calculées à partir de la composition des triglycérides. Les fractions massiques des triglycérides sont exprimées en pourcentages.

4 Principe

La matière grasse extraite du lait ou des produits laitiers est analysée par chromatographie en phase gazeuse (CG) sur une colonne remplie ou une colonne capillaire courte pour doser les triglycérides (TG), lesquels se distinguent en fonction de leur nombre total d'atomes de carbone. Les valeurs de *S* sont calculées en insérant la fraction massique, exprimée en pourcentage, correspondant au poids des molécules de matières grasses de différentes tailles (C24 à C54 en utilisant uniquement les nombres de C pairs) dans des formules de TG appropriées. Si les valeurs de *S* dépassent les limites établies pour de la matière grasse laitière pure, la présence de matières grasses étrangères est avérée.

NOTE 1 L'aptitude à l'emploi des colonnes remplie et capillaire a déjà été démontrée, tout comme les conditions de leur équivalence[8][9][10].

NOTE 2 La valeur de *S* est la somme des fractions massiques pondérées des TG.

5 Réactifs

Au cours de l'analyse, sauf indication contraire, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue.

5.1 Eau, conforme aux exigences de l'ISO 3696, qualité 2.

5.2 Gaz vecteur, azote ou, en variante, hélium ou hydrogène, tous d'une pureté d'au moins 99,995 % en fraction volumique.

5.3 Étalons de matière grasse, comme décrit en 5.3.1 et 5.3.2.

5.3.1 Étalons de triglycérides, saturés, d'une pureté d'au moins 99 % en fraction massique, pour l'étalonnage de l'étalon de matière grasse laitière décrit en 8.3.3 (des produits adaptés sont disponibles dans le commerce).

5.3.2 Étalon de cholestérol, d'une pureté d'au moins 99 % en fraction massique, pour l'étalonnage de l'étalon de matière grasse laitière décrit en 8.3.3.

5.4 Méthanol, ayant une teneur maximale en eau de 0,05 % en fraction massique.

5.5 *n*-Hexane.

5.6 *n*-Heptane.

5.7 Autres gaz, hydrogène, d'une pureté d'au moins 99,995 % en fraction volumique, exempt d'impuretés organiques (C_nH_m < 1 µl/l); air synthétique, exempt d'impuretés organiques (C_nH_m < 1 µl/l).

5.8 Sulfate de sodium anhydre.

© ISO et FIL 2019 – Tous droits réservés