

NORME INTERNATIONALE

ISO
8156

Première édition
1987-03-15



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

Lait sec et produits laitiers en poudre — Détermination de l'indice d'insolubilité

Dried milk and dried milk products — Determination of insolubility index

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 8156:1987

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0a44b367-761f-40db-a008-1d12855a6da5/iso-8156-1987>

Numéro de référence
ISO 8156:1987 (F)

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 normalement 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.

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. Les Normes internationales sont approuvées conformément aux procédures de l'ISO qui requièrent l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 8156 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits agricoles alimentaires*.

NOTE — La méthode spécifiée dans la présente Norme internationale a été élaborée conjointement avec la Fédération internationale de laiterie (FIL) et l'Association des chimistes analytiques officiels (AOAC) et sera également publiée par ces organisations.

L'attention des utilisateurs est attirée sur le fait que toutes les Normes internationales sont de temps en temps soumises à révision et que toute référence faite à une autre Norme internationale dans le présent document implique qu'il s'agit, sauf indication contraire, de la dernière édition.

Lait sec et produits laitiers en poudre — Détermination de l'indice d'insolubilité

0 Introduction

0.1 Il existe plusieurs méthodes gravimétriques assez élaborées de détermination de la solubilité du lait sec (par exemple Van Kreveland & Verhoog^[1], 1963; Norme britannique BS 1743 : Part 2 : 1980^[2]), mais pour les besoins de routine, incluant le classement, le mode opératoire le plus largement utilisé est celui de la méthode appelée méthode de l'indice de solubilité de l'American Dry Milk Institute (ADMI^[3], 1971) dans laquelle une prise d'essai est mélangée avec de l'eau et le produit reconstitué est centrifugé; le volume, en millilitres, du sédiment finalement obtenu (c'est-à-dire le résidu insoluble) est l'indice de solubilité. Comme l'indice de solubilité est inversement relié à la solubilité, il semble plus direct et plus rationnel d'utiliser le terme « indice d'insolubilité » pour décrire ce qui est déterminé par une méthode de « solubilité » telle que celle de l'ADMI. En conséquence, « l'indice d'insolubilité » a été adopté pour désigner ce qui est déterminé dans la méthode de solubilité basée sur le volume de sédiment, décrite dans la présente Norme internationale. L'utilisation de cette nouvelle expression sert également à différencier la méthode décrite dans la présente Norme internationale de la méthode de l'indice de solubilité de l'ADMI.

Bien que la méthode ADMI de l'indice de solubilité soit utilisée dans de nombreux pays depuis longtemps, il est devenu évident depuis quelque temps que sa fidélité (répétabilité, reproductibilité) qui n'a pas été établie par l'ADMI n'est pas satisfaisante pour certains types de laits entiers séchés par atomisation et de laits et produits laitiers séchés sur cylindres. Cela a conduit à la conclusion suivante : l'appareillage et la technique de la méthode ADMI sont insuffisamment définis et sont inadaptés pour certains laits secs, et en conséquence, soit la méthode ADMI devrait être mieux spécifiée et partiellement modifiée, soit une méthode alternative devrait être développée. Cette dernière approche a été préférée en premier lieu, compte tenu de la difficulté d'obtenir le mélangeur spécial (et les pièces de rechange) fabriqué aux États-Unis pour la méthode ADMI. Cependant, lorsque des modèles améliorés de ce mélangeur ont été fabriqués dans plusieurs pays et furent donc disponibles, il a été décidé d'étudier l'amélioration de la fidélité de la méthode ADMI en gardant ses principales caractéristiques de telle façon que la plupart des spécifications pour le classement, basées sur l'indice de solubilité ADMI, restent encore applicables.

0.2 Dans toute méthode de solubilité basée sur le volume de sédiment, appliquée à un lait sec ou un produit laitier séché, la température à laquelle la prise d'essai est reconstituée est le principal facteur influençant le résultat. Dans la méthode ADMI, une température de reconstitution de 75 °F (23,9 °C) est utilisée pour le lait entier, le lait écrémé et le babeurre séchés par atomisation ou sur cylindres, instantanés ou non, selon le cas. Cependant, pour la méthode de l'indice d'insolubilité, il a été décidé de retenir le principe d'une température de reconstitution de 24 °C ou de 50 °C, selon que le produit, dans la pratique habituelle ou en fonction de ses spécifications de qualité, doit être respectivement reconstitué dans l'eau froide ou dans l'eau chaude. **Cela implique que la température de reconstitution à utiliser dans la méthode de l'indice d'insolubilité sera, en général, de 24 °C pour les produits séchés par atomisation et de 50 °C pour les produits séchés sur cylindres.** Des exceptions à cette règle générale peuvent exister avec les aliments infantiles à base de lait séché par atomisation et, dans quelques cas, les laits entiers ou partiellement écrémés séchés par atomisation, destinés à être reconstitués dans l'eau chaude. Cependant, il est important de noter que si l'indice d'insolubilité des laits contenant des matières grasses, séchés par atomisation, est déterminé à 50 °C, les valeurs obtenues ont toutes tendance à être très faibles car la méthode ne détecte plus les produits qui ont subi un séchage excessif, suite à une mauvaise fabrication ou à un mauvais stockage. Ceci est dû au fait que les protéines du lait dénaturées par la chaleur sèche sont insolubles à 24 °C et sont précipitées comme sédiment lorsqu'elles sont centrifugées avec la matière grasse liée ou combinée; à 50 °C, les protéines dénaturées par la chaleur sèche sont solubles et ceci peut provoquer, avec le départ de la matière grasse combinée une réduction importante du volume de sédiment (Wright^[4], 1932; Howat & Wright^[5], 1933; Waite & White^[6], 1949).

0.3 La méthode de l'indice d'insolubilité décrite dans la présente Norme internationale est d'un point de vue fondamental la même que la méthode de l'indice de solubilité ADMI, mais avec un appareillage et des conditions expérimentales définis aussi précisément que possible, et une température de reconstitution fixée à 24 °C ou 50 °C, selon le cas (voir 0.2). Cette dernière modification implique que l'indice d'insolubilité doit être accompagné de la température de reconstitution utilisée, par exemple 0,25 ml (24 °C), 0,10 ml (50 °C). La fidélité de la méthode a été déterminée lors d'un essai interlaboratoire et est considérée comme satisfaisante.

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination de l'indice d'insolubilité, en tant que moyen d'évaluation de la solubilité du lait sec entier, du lait sec partiellement écrémé et du lait sec écrémé (définis dans la norme FAO/OMS A-5 ¹⁾ comme «lait en poudre entier», «lait en poudre partiellement écrémé» et «lait en poudre écrémé»), qu'ils soient instantanés ou non.

La méthode est également applicable au lactosérum sec, au babeurre en poudre et aux aliments infantiles à base de lait sec ainsi qu'à tous produits déshydratés dans lesquels la matière grasse du lait a été remplacée par une autre matière grasse ou qui ont été séchés sur cylindres et non par atomisation.

2 Référence

ISO 707, *Lait et produits laitiers — Méthodes d'échantillonnage*.

3 Définition

indice d'insolubilité : Volume, en millilitres, du sédiment (résidu insoluble) obtenu quand un lait sec ou un produit laitier sec est reconstitué et quand le lait ou le produit laitier reconstitué est centrifugé, dans les conditions spécifiées par la présente Norme internationale.

4 Principe

Reconstitution d'une prise d'essai avec de l'eau à 24 °C (ou à 50 °C si nécessaire, voir 0.2), à l'aide d'un mélangeur spécial. Après une période de repos spécifiée, centrifugation dans un tube gradué d'un certain volume de lait ou de produit laitier reconstitué, élimination du liquide surnageant et dispersion du sédiment après ajout d'eau à la même température que celle utilisée pour la reconstitution. Centrifugation du mélange et lecture du volume, en millilitres, du sédiment (résidu insoluble) obtenu.

5 Réactif

Lors de l'analyse, utiliser uniquement de l'eau distillée ou de l'eau de pureté au moins équivalente.

5.1 Agent antimoissant au silicone, par exemple une émulsion aqueuse contenant 30 % (m/m) de silicone.

Vérifier que l'agent antimoissant au silicone est approprié en suivant le mode opératoire décrit au chapitre 8 mais sans prise d'essai. Il ne doit pas y avoir plus d'une trace de liquide de silicone (< 0,01 ml) au fond du tube en fin de mode opératoire.

6 Appareillage

6.1 Thermomètre(s), permettant de mesurer une température de 24 °C et/ou 50 °C avec une erreur n'excédant pas $\pm 0,2$ °C.

NOTE — Étant donné que la température de reconstitution est le facteur expérimental susceptible de modifier le plus les valeurs obtenues pour l'indice d'insolubilité, il est primordial d'utiliser un thermomètre à la précision requise pour les modes opératoires spécifiés en 8.1 et 8.3 (et également en 8.4.8).

6.2 Bain(s) d'eau, réglable(s) à $24,0 \pm 0,2$ °C et/ou $50,0 \pm 0,2$ °C dans le(s)quel(s) un ou plusieurs bols de mélange (6.3) peuvent être placés (voir 10.3).

6.3 Bol de mélange, en verre, de 500 ml de capacité, pour utilisation avec le mélangeur (6.8). Le bol de mélange (modèle à feuille de trèfle) est illustré à la figure 1; les dimensions sont approximatives.

6.4 Cuillère, à surface lisse ou **papier pour échantillonner**, noir, glacé (de dimensions 140 mm $\times$ 140 mm), pour peser la prise d'essai (8.2).

6.5 Balance, précise à 0,01 g.

6.6 Éprouvette, en plastique, de $100 \pm 0,5$ ml de capacité (à 20 °C).

NOTE — La plus faible capacité de chauffage d'une éprouvette en plastique comparée à une éprouvette en verre, réduit les modifications possibles de la température de l'eau introduite dans l'éprouvette (voir 8.3).

6.7 Brosse, permettant d'enlever toutes les particules de la prise d'essai adhérent à la cuillère ou au papier pour échantillonner (6.4).

6.8 Mélangeur électrique, équivalent à celui fabriqué pour la méthode de détermination de l'indice de solubilité de l'American Dry Milk Institute^[3], ayant les caractéristiques suivantes :

a) L'hélice à seize pales (en acier inoxydable) doit avoir la forme et le diamètre indiqués à la figure 1 et doit être montée sur l'axe du mélangeur de telle manière que la face «plate» de l'hélice soit en dessous comme indiqué également à la figure 1. L'inclinaison des pales va en montant de la droite vers la gauche pour une rotation dans le sens du mouvement des aiguilles d'une montre (voir la note).

b) L'angle des pales doit être de 30° et la distance horizontale entre les pales (autour de la circonférence de l'hélice) doit être de 8,73 mm (11/32 in) comme indiqué à la figure 1. Lors de l'utilisation de l'hélice, ces dimensions peuvent changer et c'est pourquoi un contrôle et une maintenance périodiques sont essentiels.

¹⁾ Norme FAO/OMS A-5, pour le lait entier en poudre, le lait en poudre partiellement écrémé, le lait écrémé en poudre, *Code de principes relatifs au lait et aux produits laitiers*, 8^{ème} édition (1984), Rome : Organisation des Nations Unies pour l'Alimentation et l'Agriculture/Organisation mondiale de la santé.

c) Une fois le bol de mélange (6.3) ajusté au mélangeur, la longueur de l'axe du mélangeur doit être telle que la distance de la partie inférieure de l'hélice au fond du bol soit de 10 ± 2 mm; cela signifie que pour un bol de 132 mm de profondeur, la distance du sommet du bol à la partie inférieure de l'hélice est de 122 ± 2 mm et de 115 ± 2 mm au plan de la partie inférieure des pales de l'hélice. L'hélice doit être également située au centre du bol.

d) Dès que le bol de mélange contenant 100 ml d'eau à 24 °C avec ou sans addition d'une prise d'essai appropriée (8.2), est ajusté au mélangeur et celui-ci mis en route, l'hélice doit atteindre sa fréquence de rotation opérationnelle de $3\,600 \pm 100 \text{ min}^{-1}$ en moins de 5 s. La direction de rotation de l'hélice doit être celle du sens du mouvement des aiguilles d'une montre (voir ci-dessus). La fréquence de rotation de l'hélice en charge (comme décrit ci-dessus) doit être vérifiée périodiquement à l'aide d'un tachymètre électronique; ceci est nécessaire tout spécialement pour les anciens modèles de mélangeurs, équipés d'un moteur non synchrone, dont la fréquence de rotation a été ajustée à $3\,600 \pm 100 \text{ min}^{-1}$ à l'aide d'un contrôleur de vitesse et d'un indicateur de vitesse (qui peut ne pas rester précis).

NOTE — Quelques mélangeurs utilisés pour la méthode ADMI entraînent l'hélice dans le sens inverse du mouvement des aiguilles d'une montre (voir ci-dessus). Ces mélangeurs nécessitent une inclinaison des pales allant en montant de la gauche vers la droite, afin que le liquide soit entraîné dans le même sens que celui entraîné par une hélice tournant dans le sens des aiguilles d'une montre (voir ci-dessus). Pour tous les autres aspects, y compris la façon dont elle est attachée à l'axe et sa distance au fond du bol, une hélice ayant une rotation inverse de celle des aiguilles d'une montre est la même que celle ayant une rotation identique à celle des aiguilles d'une montre.

6.9 Minuteur, indiquant de 0 à 60 s et de 0 à 60 min.

6.10 Spatule(s) en forme de cuillère, d'environ 210 mm de longueur.

6.11 Tubes à centrifuger, en verre, coniques, ayant la forme, les dimensions, les graduations, les inscriptions et une partie de la surface mate, comme indiqué à la figure 2, et munis de bouchons en caoutchouc. Les lignes de graduations, les chiffres de graduations et l'inscription « ml (20 °C) » doivent être marqués de façon inaltérable et les lignes de graduation doivent être fines et nettes. Les erreurs maximales ($\pm$) sur la capacité à 20 °C sont les suivantes :

- à 0,1 ml : $\pm 0,05$ ml;
- de 0,1 à 1 ml : $\pm 0,1$ ml;
- de 1 à 2 ml : $\pm 0,2$ ml;
- de 2 à 5 ml : $\pm 0,3$ ml;
- de 5 à 10 ml : $\pm 0,5$ ml;
- à 10 ml : ± 1 ml

NOTE — Pour des contrôles de routine de la production, des tubes de différentes dimensions peuvent être utilisés, à condition que les erreurs maximales sur la capacité soient conformes à celles indiquées ci-dessus. En cas de désaccord ou si un résultat définitif est demandé, les tubes spécifiés en 6.11 doivent être utilisés.

6.12 Centrifugeuse électrique, munie d'un indicateur de vitesse (min^{-1} ou tr/min), de pots pivotant verticalement pour

placer les tubes à centrifuger (6.11), et permettant d'obtenir une accélération de $160 g_n$ à l'intérieur du fond des tubes et de maintenir une température de 20 à 25 °C dans la centrifugeuse fermée.

NOTE — L'accélération, exprimée en g_n , produite dans une centrifugeuse, est égale à

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

où

r est le rayon horizontal effectif de rotation, en millimètres;

n est la fréquence de rotation par minute.

6.13 Tube siphon ou tube à aspiration relié à une pompe à eau, en verre et présentant une extrémité coudée, permettant l'évacuation du liquide surnageant d'un tube à centrifuger (6.11). Un siphon approprié est indiqué à la figure 2.

6.14 Agitateur, en verre, de 250 mm de longueur et de 3,5 mm de diamètre.

6.15 Loupe, permettant d'aider la lecture du volume de sédiment (voir 8.13).

7 Échantillonnage

Prélever l'échantillon pour laboratoire selon l'ISO 707 si nécessaire, le conserver dans un récipient propre, sec, bien fermé, étanche à l'air et de préférence opaque, qui peut être le récipient de vente au détail non ouvert et intact. Si l'échantillon pour laboratoire se trouve dans un récipient transparent, le conserver à l'obscurité.

Noter et enregistrer toute variation par rapport à ces caractéristiques.

8 Mode opératoire (voir également chapitre 10 et en particulier 10.3)

8.1 Préparation de l'échantillon pour essai

S'assurer, tout d'abord, que l'échantillon pour laboratoire (chapitre 7) a été maintenu à la température du laboratoire (20 à 25 °C) pendant au moins 48 h de manière que toute influence sur l'indice d'insolubilité attribuable à l'état physique de la matière grasse soit constante d'un échantillon à l'autre. Mélanger ensuite soigneusement l'échantillon pour laboratoire par agitations et retournements répétés du récipient. Si le récipient est trop rempli pour permettre un mélange efficace, verser l'échantillon pour laboratoire dans un autre récipient propre, sec, étanche à l'air et de capacité adéquate, puis mélanger comme décrit.

Dans le cas d'un lait sec instantané, le mélange doit être effectué avec précaution pour éviter une réduction de la taille des particules de l'échantillon.

8.2 Préparation du bol de mélange

L'indice d'insolubilité étant mesuré à 24 °C ou à 50 °C (voir 0.2), amener la température du bol de mélange (6.3) respective-

ment à $24 \pm 0,2$ °C ou à $50 \pm 0,2$ °C, en plaçant pendant un temps suffisant le bol dans le bain d'eau (6.2), le niveau d'eau affleurant au sommet du bol.

NOTE — Dans la suite du texte, la phrase « à 24°C ou à 50°C selon le cas » signifie que l'une de ces températures a été adoptée dans ce paragraphe.

8.3 Prise d'essai

Peser, à $\pm 0,01$ g près, dans la cuillère (6.4) ou sur le papier à échantillonner (6.4), une prise d'essai de

- a) 13,00 g de lait sec entier, de lait sec partiellement écrémé et d'aliment infantile à base de l'un ou de l'autre;
- b) 10,00 g de lait sec écrémé et de babeurre en poudre;
- c) 7,00 g de lactosérum sec.

(Voir 10.4.)

8.4 Détermination

8.4.1 Retirer du bain d'eau le bol de mélange (voir 8.2), essuyer rapidement l'extérieur et, à l'aide de l'éprouvette (6.6), introduire dans le bol $100 \pm 0,5$ ml d'eau à 24°C ou à 50°C selon le cas (voir la note en 8.2).

8.4.2 Ajouter à l'eau dans le bol 3 gouttes d'agent anti-moussant au silicone (5.1) et introduire la prise d'essai (8.3) dans le bol en utilisant la brosse (6.7) si nécessaire, de façon à avoir la totalité de la prise d'essai à la surface de l'eau.

8.4.3 Ajuster le bol de mélange au mélangeur (6.8), mettre en route ce dernier et lorsqu'il a fonctionné pendant 90 s exactement, l'arrêter. Si le mélangeur est du type à moteur non synchrone, le contrôleur de vitesse et l'indicateur de vitesse amènent la fréquence de rotation de l'hélice à $3\,600 \pm 100$ min⁻¹ dans les 5 premières secondes des 90 s du temps de mélange.

8.4.4 Enlever le bol du mélangeur (attendre quelques secondes pour permettre au liquide qui est sur l'hélice de s'égoutter dans le bol) et le laisser reposer à la température du laboratoire (voir 10.2) pendant 5 min au moins mais pas plus de 15 min (voir 10.3).

8.4.5 Ajouter au mélange dans le bol 3 gouttes d'agent anti-moussant au silicone (voir 10.5), mélanger soigneusement le contenu du bol par agitation (pas trop vigoureuse) pendant 10 s à l'aide de la spatule (6.10) et verser immédiatement une quantité suffisante de mélange dans le tube à centrifuger (6.11) pour le remplir jusqu'au trait repère de 50 ml, c'est-à-dire jusqu'à ce que le niveau supérieur coïncide avec ce trait repère.

8.4.6 Porter le tube à centrifuger (contrebalancé) dans la centrifugeuse (6.12), amener aussi rapidement que possible la centrifugeuse à la fréquence de rotation produisant une accélération de $160 g_n$ à l'intérieur du fond du tube puis laisser tourner le tube à cette fréquence de rotation pendant 5 min, à la température de 20 à 25 °C.

8.4.7 Retirer le tube de la centrifugeuse et, à l'aide d'une spatule en forme de cuillère (6.10), enlever et éliminer toute couche supérieure de matière grasse présente dans le tube.

Tenir le tube à centrifuger en position verticale et enlever le liquide surnageant à l'aide du siphon adaptable ou du tube à aspiration (6.13) jusqu'à ce que le niveau supérieur arrive au trait correspondant à 15 ml pour les produits séchés sur cylindres, ou au trait correspondant à 10 ml pour les produits séchés par atomisation, en prenant soin de ne pas déplacer le sédiment. Cependant, s'il apparaît que le volume de sédiment dépasse respectivement 15 ou 10 ml, arrêter le mode opératoire à cette étape et enregistrer l'indice d'insolubilité comme étant « supérieur à 15 ml » ou « supérieur à 10 ml » en indiquant la température de reconstitution comme indiqué en 9.1. Dans le cas contraire, procéder comme décrit en 8.4.8.

8.4.8 Ajouter de l'eau à 24 °C ou à 50 °C selon le cas (voir la note en 8.2) dans le tube à centrifuger jusqu'à ce que le niveau supérieur coïncide avec le trait correspondant à 30 ml, disperser totalement le sédiment à l'aide de l'agitateur (6.14), taper l'extrémité de l'agitateur contre l'intérieur du tube pour recueillir le liquide adhérent, et ajouter à nouveau de l'eau à la même température jusqu'à ce que le niveau supérieur coïncide avec le trait correspondant à 50 ml.

8.4.9 Boucher le tube à centrifuger avec un bouchon en caoutchouc, le retourner cinq fois doucement de façon à mélanger son contenu soigneusement, enlever le bouchon (passer la base du bouchon sur le bord du tube pour récupérer le liquide adhérent), puis laisser tourner le tube dans la centrifugeuse pendant 5 min à la fréquence de rotation et à la température requises comme décrit en 8.4.6.

NOTE — Il est recommandé de placer le tube à centrifuger dans le pot de la centrifugeuse de telle façon que, lorsque le tube est en position de rotation, les lignes de graduation ne se présentent pas vers le haut ou vers le bas mais à mi-chemin entre ces deux positions, car si le sommet du sédiment est incliné, le volume de sédiment sera plus facile à estimer.

8.4.10 Enlever le tube de la centrifugeuse, le tenir en position verticale sur un fond adéquat (voir la note) en plaçant la partie supérieure du sédiment au niveau des yeux, et lire, à l'aide de la loupe (6.15), le volume du sédiment, à 0,05 ml près si le volume est inférieur à 0,5 ml et à 0,1 ml près si le volume est supérieur à 0,5 ml. Estimer le volume si le sédiment ne présente pas une surface plane. Si elle est inégale, laisser le tube en position verticale pendant quelques minutes; la surface du sédiment devient généralement plus plane et le volume peut être lu plus facilement. Enregistrer la température de l'eau utilisée pour la reconstitution.

NOTE — L'observation du tube sur un fond lumineux ou sombre, au choix, permet de mieux distinguer la partie supérieure du sédiment.

9 Expression des résultats

9.1 Mode de calcul

L'indice d'insolubilité de l'échantillon pour laboratoire est égal au volume, en millilitres, de sédiment, enregistré en 8.4.10.

Donner le résultat avec la température de l'eau utilisée pour la reconstitution, par exemple comme suit :

0,10 ml (24 °C)

4,1 ml (50 °C)

9.2 Fidélité

NOTE — Les valeurs de répétabilité et de reproductibilité ont été déterminées par un essai interlaboratoire, comme décrit dans l'ISO 5725, *Fidélité des méthodes d'essais — Détermination de la répétabilité et de la reproductibilité par essais interlaboratoires*, ayant impliqué 10 laboratoires et 10 échantillons.

9.2.1 Répétabilité

La différence entre deux valeurs individuelles de l'indice d'insolubilité, obtenues simultanément ou dans un court intervalle de temps par un même analyste sur le même échantillon pour essai, en utilisant le même appareillage, ne doit pas excéder 0,138 *M* où *M* est la moyenne des deux valeurs.

9.2.2 Reproductibilité

La différence entre deux valeurs individuelles de l'indice d'insolubilité, obtenues par deux analystes dans des laboratoires différents sur des échantillons pour essai provenant du même échantillon pour laboratoire, ne doit pas excéder 0,328 *M* où *M* est la moyenne des deux valeurs.

10.3 Des essais ont montré que la variation permise de 5 à 15 min pour le temps de repos (8.4.4) a un effet insignifiant sur l'indice d'insolubilité. Cet écart de 10 min permet de traiter en série plusieurs échantillons, nécessitant de préférence la même température de reconstitution, à la condition que la température de chaque bol de mélange soit ajustée simultanément (voir 8.2) et que les prises d'essais (8.3) soient toutes pesées ensemble. Dans ce cas il peut être avantageux de modifier le mode opératoire décrit en 8.2 et 8.4.1 en ajoutant $100 \pm 0,5$ ml d'eau (à environ la température demandée) à chacun des bols placés dans le bain d'eau et lorsque la température de l'eau s'est stabilisée à la valeur correcte, il faut enlever un bol du bain d'eau et procéder comme décrit de 8.4.1 à 8.4.4 inclus, et ainsi de suite avec tous les autres bols. Par la suite, un mode opératoire en série peut être adopté avec centrifugation simultanée des tubes.

10.4 Chaque prise d'essai (8.3) est telle qu'une fois mélangée avec 100 ml d'eau, la teneur totale en matière sèche, exprimée en pourcentage en masse du mélange, est proche de celle du produit liquide d'origine. La taille des prises d'essais du lait sec entier, du lait sec écrémé et du babeurre en poudre est la même que celle spécifiée dans la méthode de l'indice de solubilité^[3], qui traite seulement de ces trois produits.

10.5 L'addition de 3 gouttes d'agent antimoissant au silicone (5.1) en 8.4.5 peut ne pas paraître nécessaire pour les échantillons ayant moins tendance que d'autres à mousser pendant le mélange. Néanmoins, les 3 gouttes doivent toujours être ajoutées pour conserver exactement le même mode opératoire avec tous les échantillons.

10 Notes sur le mode opératoire

10.1 Il est essentiel que le mode opératoire, une fois l'analyse commencée, soit effectué sans délai à toutes les étapes et que toutes les caractéristiques relatives à la température et au temps soient observées strictement.

10.2 Comme la détermination de l'indice d'insolubilité peut être influencée par la température ambiante, il est recommandé d'effectuer la détermination dans un laboratoire dont la température est maintenue entre 20 et 25 °C.

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, ou facultatifs, ainsi que les incidents susceptibles d'avoir agi sur le résultat.

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

Bibliographie

- [1] VAN KREVELD, A. et VERHOOG, J.H. *The Netherlands Milk and Dairy Journal*, **17** (1963), p. 209.
- [2] British Standard 1743 : Part 2 : 1980. *Analysis of dried milk and dried milk products, Part 2 : Determination of the solubility of dried milk, dried whey and dried buttermilk (reference method)*.
- [3] *Standards for grades of dry milk including methods of analysis*, Bulletin 916 (Revised) (1971), Chicago : American Dry Milk Institute, Inc.
- [4] WRIGHT, N. *Journal of Dairy Research*, **4** (1932), p. 122.
- [5] HOWAT, G.R. et WRIGHT, N.C. *Journal of Dairy Research*, **4** (1933), p. 265.
- [6] WAITE, R. et WHITE, J.C.D. *Journal of Dairy Research*, **16** (1949), p. 379.

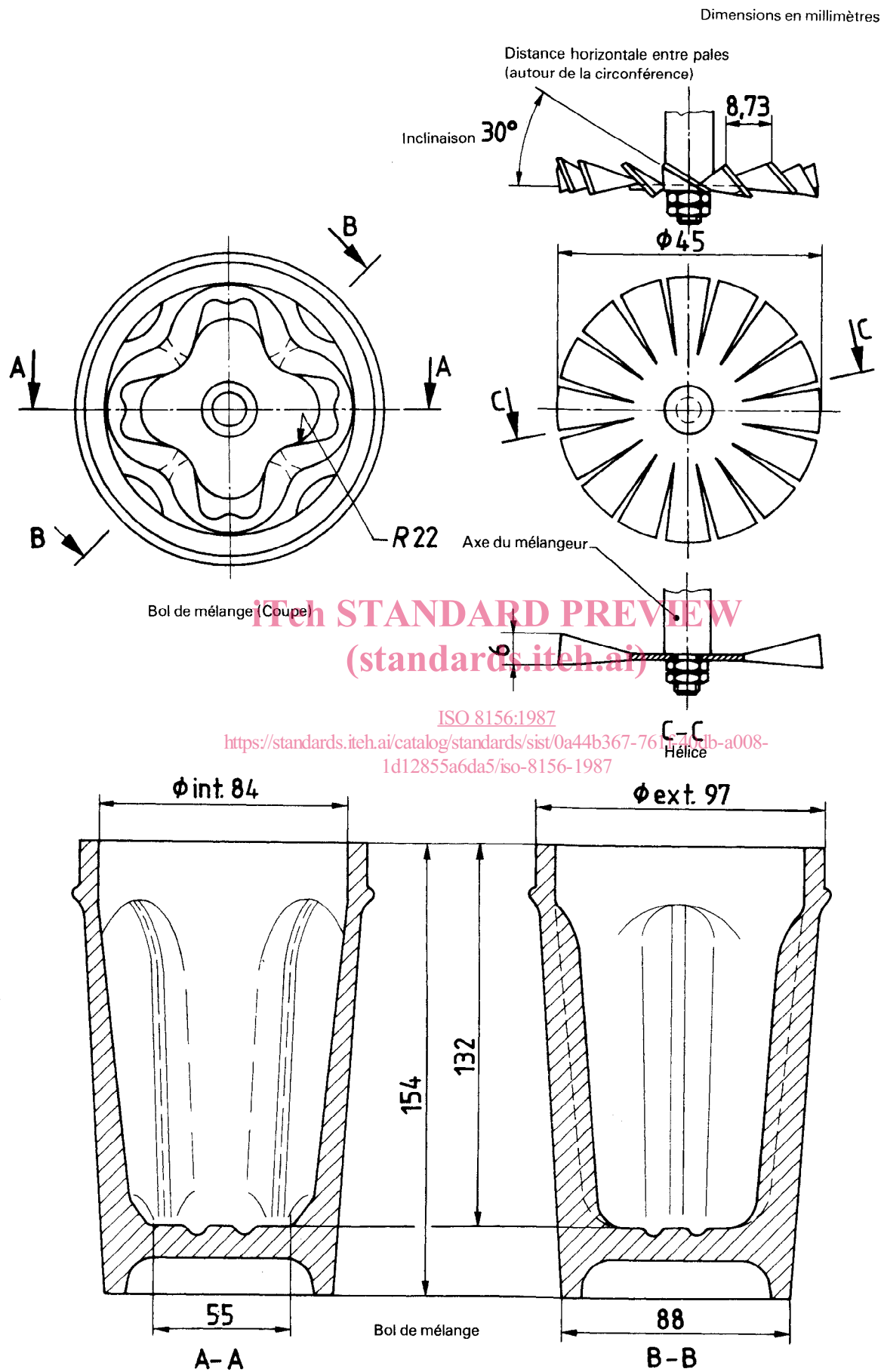


Figure 1 — Bol de mélange et hélice

Dimensions en millimètres

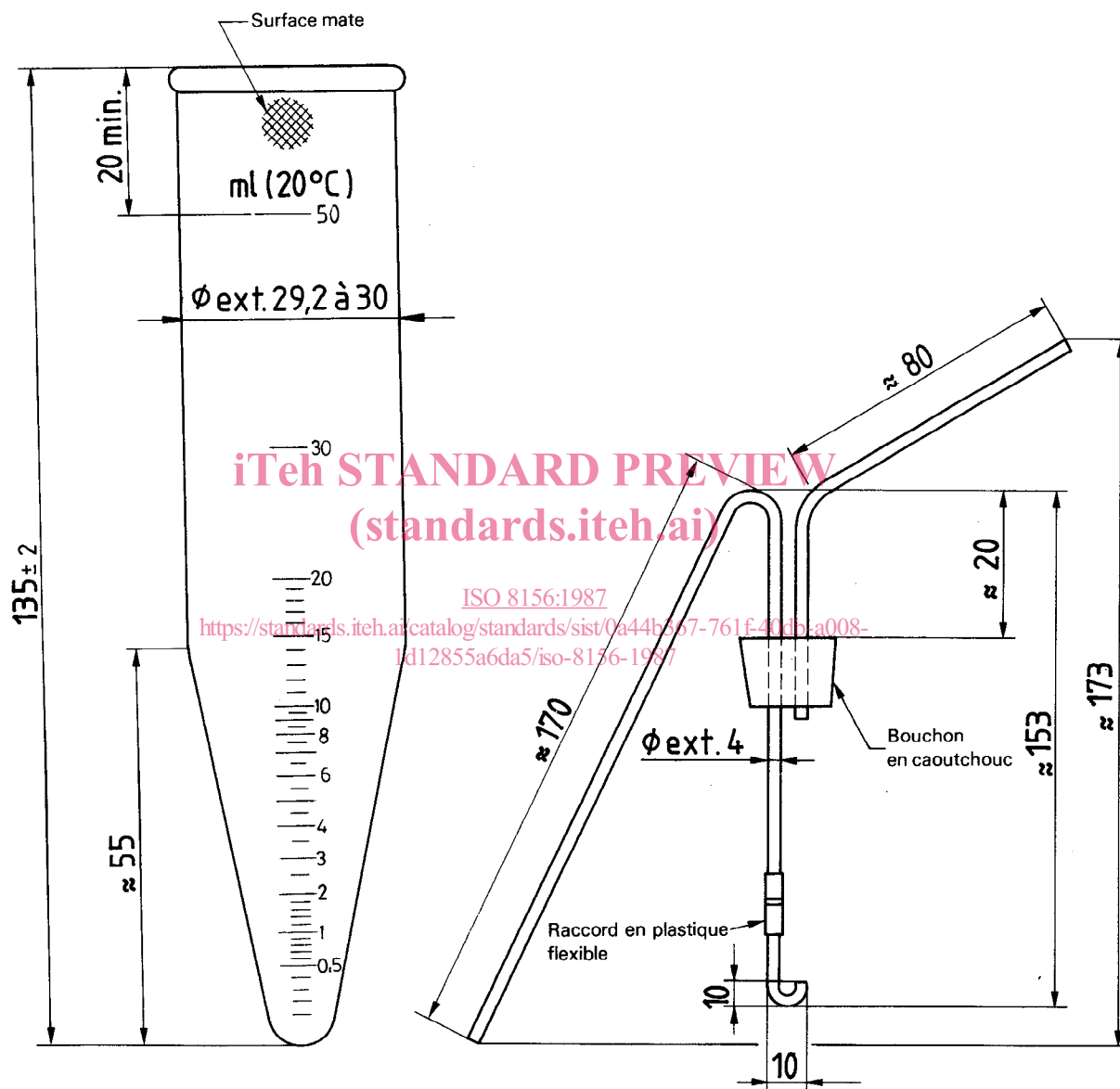


Figure 2 — Tube à centrifuger et siphon adaptable