
**Lait entier — Détermination des teneurs
en matière grasse laitière, en protéines
et en lactose — Lignes directrices pour
l'utilisation des appareils de dosage
par absorption dans le moyen infrarouge**

iTeh STANDARD PREVIEW
*Whole milk — Determination of milkfat, protein and lactose content —
Guidance on the operation of mid-infrared instruments*
(standards.iteh.ai)

[ISO 9622:1999](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6d84a3c7-ee45-46f2-bbbe-de3f25036f9b/iso-9622-1999)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6d84a3c7-ee45-46f2-bbbe-
de3f25036f9b/iso-9622-1999](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6d84a3c7-ee45-46f2-bbbe-de3f25036f9b/iso-9622-1999)



Sommaire

1	Domaine d'application	1
2	Références normatives	1
3	Termes et définitions.....	2
4	Principe.....	2
5	Principales caractéristiques des appareils infrarouges	2
6	Facteurs affectant la précision des mesures.....	3
6.1	Facteurs relatifs aux instruments	3
6.2	Facteurs physico-chimiques et biologiques.....	5
7	Étalonnage de l'appareil.....	7
7.1	Objectif.....	7
7.2	Contrôle de l'étalonnage initial pour la matière grasse, les protéines et le lactose	7
7.3	Maintenance de l'étalonnage et confirmation de sa validité	8
8	Échantillonnage	8
9	Uniformité des échantillons pour essai.....	9
10	Détermination.....	9
11	Vérification journalière de la stabilité à court terme de l'appareil	9
11.1	Généralités	9
11.2	Préparation et conservation des sous-échantillons	9
11.3	Analyse des échantillons de contrôle	9
11.4	Contrôle du mode opératoire analytique.....	9
11.5	Réajustement de l'étalonnage	12
12	Fidélité et justesse.....	12
12.1	Répétabilité.....	12

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6d84a3c7-ee45-46f2-bb8e-de3f25036f9b/iso-9622-1999>

© ISO 1999

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, 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 et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

Organisation internationale de normalisation
Case postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse
Internet iso@iso.ch

Imprimé en Suisse

12.2 Reproductibilité intralaboratoire	12
12.3 Justesse	13
13 Rapport d'essai	13
Annexe A (informative) Procédure pour déterminer et évaluer la linéarité sur une base masse/volume	14
Annexe B (informative) Contrôle et ajustement des facteurs d'intercorrection	16
Annexe C (informative) Méthode d'étalonnage des appareils pour l'analyse du lait par absorption infrarouge, à l'aide d'échantillons de lait modifié	25
Bibliographie	28

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 9622:1999](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6d84a3c7-ee45-46f2-bbbe-de3f25036f9b/iso-9622-1999)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6d84a3c7-ee45-46f2-bbbe-de3f25036f9b/iso-9622-1999>

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 (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 3.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 9622 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits agricoles alimentaires*, sous-comité SC 5, *Lait et produits laitiers*, en collaboration avec la Fédération internationale de laiterie (FIL) et l'AOAC International (Association des chimistes analytiques officiels); elle sera également publiée par ces deux organisations.

Les annexes A, B et C de la présente Norme internationale sont données uniquement à titre d'information.

ITEH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 9622:1999](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6d84a3c7-ee45-46f2-bbbe-de3f25036f9b/iso-9622-1999)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6d84a3c7-ee45-46f2-bbbe-de3f25036f9b/iso-9622-1999>

Lait entier — Détermination des teneurs en matière grasse laitière, en protéines et en lactose — Lignes directrices pour l'utilisation des appareils de dosage par absorption dans le moyen infrarouge

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale définit les conditions d'utilisation des appareils de dosage de la matière grasse, des protéines et du lactose du lait de ferme, fonctionnant sur la base de la mesure de l'absorption des rayonnements infrarouges à des longueurs d'onde spécifiques de chaque composant analysé.

NOTE 1 En pratique, ces mesures se font à l'aide d'appareils commerciaux automatiques ou semi-automatiques définis à l'article 5 et désignés « Appareils infrarouges » dans la présente Norme internationale.

Tout modèle nouveau qui ne répond pas aux principes d'analyse donnés dans la présente Norme internationale ou qui comporte des modifications susceptibles de changer les principales caractéristiques de l'appareil (répétabilité, précision, conditions d'emploi) ainsi que les modes de réglage de l'étalonnage, devra faire l'objet d'une norme particulière.

NOTE 2 Tous les appareils ne permettent pas de déterminer la teneur en lactose. D'autre part, certains instruments permettent de mesurer directement la teneur en eau. Il est possible de procéder à une estimation de la teneur totale en extrait sec en additionnant les teneurs en matière grasse, en protéines et en lactose, une constante étant utilisée pour tenir compte de la teneur en sel.

La méthode décrite est applicable au dosage de la matière grasse et des protéines et, éventuellement, du lactose du lait de ferme. La méthode est également applicable à l'analyse du lait d'autres espèces (chèvre, brebis, bufflonne, etc.) et au lait traité, à condition de procéder à un étalonnage spécifique de l'instrument (voir article 7).

2 Références normatives

Les documents normatifs suivants contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui y est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Pour les références datées, les amendements ultérieurs ou les révisions de ces publications ne s'appliquent pas. Toutefois, les parties prenantes aux accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des documents normatifs indiqués ci-après. Pour les références non datées, la dernière édition du document normatif en référence s'applique. Les membres de l'ISO et de la CEI possèdent le registre des Normes internationales en vigueur.

ISO 1211, *Lait — Détermination de la teneur en matière grasse — Méthode gravimétrique (Méthode de référence)*.

ISO 5765-1, *Lait sec, mélanges secs pour crèmes glacées et fromages fondus — Détermination de la teneur en lactose — Partie 1: Méthode enzymatique par la voie glucose*.

ISO 5765-2, *Lait sec, mélanges secs pour crèmes glacées et fromages fondus — Détermination de la teneur en lactose — Partie 2: Méthode enzymatique par la voie galactose*.

ISO 8968-1, *Lait — Détermination de la teneur en azote — Partie 1: Méthode Kjeldahl*.

ISO 8968-2, *Lait — Détermination de la teneur en azote — Partie 2: Méthode de digestion en bloc (Méthode macro)*.

ISO 8968-4, *Lait — Détermination de la teneur en azote — Partie 4: Détermination de la teneur en azote non protéique.*

ISO 8968-5, *Lait — Détermination de la teneur en azote — Partie 5: Détermination de la teneur en azote protéique.*

3 Termes et définitions

Pour les besoins de la présente Norme internationale, les termes et définitions suivants s'appliquent.

3.1

appareil infrarouge

appareil en vente dans le commerce qui, lorsqu'il est utilisé dans les conditions définies dans la présente Norme internationale, permet d'estimer la fraction massique de matière grasse, de protéines et de lactose du lait entier

3.2

teneur en matière grasse, en protéines et en lactose

fraction massique de substances, déterminée par la méthode spécifiée dans la présente Norme internationale

NOTE Les teneurs en matière grasse, en protéines et en lactose sont exprimées comme fraction massique, en pourcentage [dans le passé également exprimées en % (m/m)].

4 Principe

Après homogénéisation de l'échantillon de lait, mesurage, à l'aide d'un spectromètre infrarouge, de la quantité de rayonnements absorbés par:

- les groupements carbonyles des liaisons ester des glycérides à environ 5,7 μm (en général référencés comme étant le filtre A) et/ou par les groupements CH à environ 3,5 μm (en général référencés comme étant le filtre B) pour la détermination de la teneur en matière grasse;
- les groupements amides secondaires des liaisons peptides à environ 6,5 μm pour la détermination de la teneur en protéines;
- les groupements hydroxyle du lactose à environ 9,6 μm pour la détermination de la teneur en lactose.

Pour chaque composant, une estimation de sa teneur est faite par référence à la quantité de lumière infrarouge absorbée soit par l'eau à la même longueur d'onde, soit par le lait à une longueur d'onde différente ne présentant qu'une faible absorption du composant mesuré.

NOTE Pour des raisons pratiques, les échantillons peuvent être conservés par addition, par exemple, d'une solution contenant une fraction massique de 0,1 % de dichromate de potassium, 0,03 % d'azide de sodium ou de 0,02 % à 0,06 % de bronopol. Dans tous les cas, il est nécessaire de vérifier la réponse de chaque instrument.

5 Principales caractéristiques des appareils infrarouges

Les appareils disponibles dans le commerce sont équipés d'une ou deux cuves, d'une ou deux bandes d'onde par canal (composant), et se caractérisent par l'utilisation d'un système optique à simple ou à double faisceau, par le calcul électronique ou par l'emploi d'un servosystème pour évaluer les rayonnements transmis; ils peuvent produire les longueurs d'onde adéquates, soit par un réseau de diffraction, soit par des filtres optiques interférentiels, soit encore par un interférogramme modifié de Fourier. Les instruments peuvent présenter également des différences en ce qui concerne le nombre de longueurs d'onde spécifiques intervenant pour prédire la concentration d'un composant donné.

NOTE Dans le cas d'un appareil à interférogramme, la présente Norme internationale ne s'applique qu'aux longueurs d'onde mentionnées à l'article 4.

6 Facteurs affectant la précision des mesures

6.1 Facteurs relatifs aux instruments

6.1.1 Linéarité

Si un instrument est calibré pour exprimer les résultats en valeurs masse/masse, les solutions pour régler et évaluer la linéarité doivent être préparées sur une base masse/masse. Si, par contre, l'instrument est étalonné en fonction de méthodes de référence volumétriques ou est étalonné pour exprimer les résultats en valeurs masse/volume, la linéarité doit être indiquée et évaluée sur une base masse/volume, afin d'atteindre la corrélation optimale avec la méthode de référence. L'annexe A présente des exemples de la manière de procéder à des évaluations masse/volume. Le présent article expose uniquement les évaluations sur une base masse/masse.

Afin de vérifier la linéarité pour chaque composant, préparer six solutions de concentration connue, comme décrit dans le Tableau 1, en utilisant de préférence les produits suivants.

- Crème légère non homogénéisée, ayant une fraction massique en matière grasse de 8 %, diluée avec du lait écrémé, pour vérifier la linéarité aux longueurs d'onde de 5,7 µm (filtre A) et de 3,5 µm (filtre B), pour la détermination de la teneur en matière grasse.
- Rétentat UF de lait écrémé, dilué avec de l'ultrafiltrat, pour vérifier la linéarité à la longueur d'onde de 6,5 µm pour la détermination des protéines. On peut aussi utiliser un concentré de protéine de lactosérum ou du lait écrémé concentré dilué avec de l'eau distillée. La solution mère doit contenir une fraction massique de protéines d'environ 5,5 %.
- Solution composée de 60 g/l de lactose monohydraté, dilué avec de l'eau, pour vérifier la linéarité à la longueur d'onde de 9,6 µm pour la détermination de la teneur en lactose.

Tableau 1

Parties de solution mère (c'est-à-dire crème, rétentat UF ou solution de lactose à 6 %)	Parties de diluant (c'est-à-dire lait écrémé ou eau)	Concentration relative
100	0	1,0
80	20	0,8
60	40	0,6
40	60	0,4
20	80	0,2
0	100	0

Il convient que la concentration des solutions augmente régulièrement de zéro à la limite supérieure de la lecture désirée.

Chaque fois que cela sera possible, utiliser le signal primaire pour vérifier la linéarité. Analyser chaque échantillon en triple et calculer l'équation de régression linéaire comme suit:

$$y = bx + a$$

et les résidus ε_i

$$\varepsilon_i = y_i - (ax_i + b)$$

Placer les résidus ε_i (axe y) en fonction de la concentration du composant en solution (axe x) sur un graphique pour chaque composant. Un examen visuel des points correspondant aux données recueillies devrait en général fournir des précisions suffisantes sur la linéarité du signal.

Si un critère de linéarité plus objectif est requis, calculer le rapport de l'amplitude des résidus sur l'amplitude des valeurs du signal:

$$\Delta\varepsilon/\Delta s = (\varepsilon_{\max} - \varepsilon_{\min})/(s_{\max} - s_{\min})$$

où

ε_{\max} et ε_{\min} sont respectivement les résidus supérieur et inférieur;

s_{\max} et s_{\min} sont respectivement les valeurs de signal supérieure et inférieure.

Le rapport type $\Delta\varepsilon/\Delta s$ est 0,01 à 0,02.

En alternative, une analyse de la droite de régression des variables peut être effectuée pour confirmer la non-linéarité.

Si les relations entre les concentrations et les lectures de l'appareil ne sont pas rigoureusement linéaires sur toute la gamme des mesurages, régler la linéarité de réponse de l'appareil, pour l'élément considéré, selon les instructions du constructeur.

NOTE Les laits provenant d'animaux autres que les vaches peuvent avoir des concentrations en matière grasse et en protéines plus élevées. Pour ces laits, on peut obtenir de meilleures performances si la linéarité est vérifiée sur une gamme de concentrations appropriée à chaque cas spécifique.

6.1.2 Efficacité du rinçage de la cuve de mesure

Après une seule séquence de pompage d'un échantillon dans l'appareil, le volume résiduel de l'échantillon précédent ne doit pas dépasser 1 % du volume total de la cuve.

Pour vérifier l'efficacité du rinçage, analyser successivement 20 échantillons d'eau et de lait entier homogénéisé en suivant la séquence eau, eau, lait, lait, eau, eau, etc., et enregistrer pour chaque échantillon d'eau et de lait les lectures à toutes les longueurs d'onde utilisées. Calculer l'efficacité du rinçage, E , pour chaque longueur d'onde, en utilisant la formule suivante:

$$E = (\Sigma M_1 - \Sigma W_2)100/(\Sigma M_2 - \Sigma W_2)$$

où

M_1 est égal à la première lecture pour le lait;

M_2 est égal à la deuxième lecture pour le lait;

W_2 est égal à la deuxième lecture pour l'eau à la même longueur d'onde.

La valeur de ce rapport ne doit pas être inférieure à 99 %.

6.1.3 Homogénéisation

6.1.3.1 Pour vérifier l'efficacité de l'homogénéisateur, effectuer deux analyses consécutives, tout d'abord avec un échantillon de lait entier non homogénéisé, puis avec le même échantillon de lait entier après homogénéisation par l'homogénéisateur de l'appareil. La différence entre les deux lectures de matière grasse ne doit pas excéder 0,05 % pour un échantillon de lait contenant une fraction massique de 3,5 % de matière grasse de lait. Pour calculer les critères de réussite ou d'échec appropriés pour des concentrations en matière grasse laitière autres que 3,5 %, multiplier la teneur réelle en matière grasse par 0,014 3 pour obtenir les nouveaux critères.

NOTE Cette procédure n'est pas applicable avec certains instruments.

AVERTISSEMENT — Les résultats de ce test peuvent être trompeurs; en effet, un instrument dans lequel l'homogénéisateur ne fonctionne pas du tout ne donnera que très peu de différence entre la première et la seconde analyse. Une méthode alternative plus sûre mais plus laborieuse est décrite en 6.1.3.2 (voir la référence [2]).

6.1.3.2 En alternative, obtenir un échantillon non homogénéisé ainsi qu'un échantillon homogénéisé du même lait, soit en récoltant du lait cru et traité provenant de la même citerne de l'installation laitière, soit en produisant de plus petits volumes au moyen d'un homogénéisateur de laboratoire ou d'usine pilote. Mesurer alors le lait homogénéisé et le lait non homogénéisé et comparer la différence de résultats par rapport aux critères positif/négatif mentionnés ci-dessus.

On suppose que l'efficacité de l'homogénéisation de l'homogénéisateur externe est bonne. Cela peut être vérifié par l'analyse de la dimension des particules du lait homogénéisé. Une plage acceptable pour le diamètre, d , des globules gras dans le lait homogénéisé de référence est entre 0,75 μm et 0,85 μm avec un $d(0,9)$ compris entre 1,4 μm et 1,5 μm [$d(0,9)$ veut dire que 90 % de la matière grasse laitière ont un diamètre inférieur à d]. À l'intérieur de cette plage de tailles, le phénomène de diffusion de lumière sera minimal pour les longueurs d'onde correspondantes à la détermination de la matière grasse par le filtre A et le filtre B.

6.1.4 Humidité à l'intérieur de l'appareil

Des variations d'humidité de l'air dans le bloc optique de l'appareil entraînent des variations du zéro optique et de l'étalonnage. Remplacer le produit absorbant (gel de silice) avant qu'il y ait un début de décoloration, de préférence à intervalles réguliers, déterminés par des essais. Un remplacement du produit une fois par semaine, par exemple à la veille du week-end pour permettre une déshydratation de l'air de l'appareil, constitue une sage précaution.

6.2 Facteurs physico-chimiques et biologiques

6.2.1 Composition du lait

Le signal obtenu à chaque longueur d'onde résulte de l'absorption spécifique du composant à doser, mais également de l'influence plus ou moins grande des variations de la concentration des autres composants principaux, eau incluse, et des sels minéraux.

Cette influence des variations des teneurs en matière grasse, en protéines et en lactose du lait est corrigée par l'application de facteurs d'intercorrection, spécifiques à chaque longueur d'onde et à chaque type d'appareil.

Ces facteurs d'intercorrection, calculés soit par le constructeur, soit par l'utilisateur, sont introduits automatiquement dans les mesurages.

Les mesurages à effectuer et les corrections correspondantes devant être appliquées sont les suivantes:

- pas de détermination de la teneur en protéines à 6,5 μm sans détermination simultanée de la teneur en matière grasse et correction du taux de protéines suivant le taux de matière grasse;
- pas de détermination de la teneur en matière grasse à 3,5 μm sans détermination simultanée de la teneur en protéines et en lactose, et correction du taux de matière grasse en fonction des teneurs en protéines et en lactose.

L'introduction d'autres intercorrections n'est pas considérée comme obligatoire, mais elle est cependant vivement recommandée car elle améliore sensiblement la précision de la méthode.

Vérifier tous les trois mois les facteurs d'intercorrection de l'instrument en utilisant, par exemple, les méthodes décrites dans l'annexe B. Il convient que les interactions apparentes soient aussi près que possible de zéro et n'excèdent pas les limites de $\pm 0,02$. Au-delà de ces limites, les corrections doivent être faites suivant les recommandations du fabricant.

Il convient que les facteurs d'intercorrection soient vérifiés chaque fois qu'une intervention ou un changement est réalisé sur un élément important de l'instrument, par exemple les filtres interférentiels.

6.2.2 Matière grasse

6.2.2.1 Composition en acides gras

Les variations de la composition du lait en acides gras (masse moléculaire moyenne et degré d'insaturation) modifient de façon significative la relation entre les résultats de la méthode de référence et les mesurages infrarouges faits à 5,7 μm , et à un degré moindre, les mesurages faits à 3,5 μm .

Lorsque des modifications de composition interviennent sur une population entière de laits (par exemple variations saisonnières, différences entre régions ou différences entre espèces), cela peut nécessiter des modifications de l'étalonnage des appareils.

6.2.2.2 Lipolyse

La libération d'acides gras sous l'action des lipases modifie la réponse instrumentale. Une augmentation de l'indice de lipolyse de 1 milliéquivalent pour 100 g de matière grasse, mesuré par la méthode BDI, se traduit par une baisse de $-0,022\%$ à 5,7 μm (filtre A), et par une augmentation de $+0,006\%$ à 3,5 μm (filtre B), pour un échantillon de lait présentant une fraction massique en matière grasse de 3,5 %.

6.2.2.3 Haute teneur en matière grasse

Lors de l'analyse d'échantillons de lait dont la fraction massique en matière grasse est supérieure à 7,0 %, on pourra constater une médiocre répétabilité ainsi qu'un écart par rapport à la courbe étalon (voir article 7). Vérifier avec le constructeur que l'appareil est bien équipé d'un homogénéisateur adapté à ce type de lait.

6.2.2.4 État physique de la matière grasse laitière

Si une partie de la matière grasse laitière s'est séparée et apparaît à la surface du lait, l'échantillon d'essai prélevé par l'appareil ne sera pas représentatif de la teneur en matière grasse de l'échantillon. Par conséquent, il faut éviter de prélever des échantillons là où la matière grasse s'est séparée. Il convient de prendre soin de réincorporer la matière grasse restant sur les parois et les couvercles des flacons.

6.2.3 Protéines

6.2.3.1 Variation en azote non protéinique (NPN)

La détermination des protéines par infrarouge est fondée sur l'absorption de l'énergie infrarouge par les liaisons peptidiques des molécules de protéines, alors que les constituants de la fraction NPN n'ont que peu d'influence sur le signal instrumental aux longueurs d'onde de mesurage des protéines. Un instrument peut être étalonné pour fournir une estimation des protéines fondée sur l'azote protéinique (voir l'ISO 8968-5) ou sur l'azote total (voir l'ISO 8968-1 ou l'ISO 8968-2), mesurée par la méthode Kjeldahl.

Lorsque l'opérateur de l'instrument opte pour l'emploi d'un étalonnage en protéines fondé sur l'azote total, il ou elle suppose que la teneur en NPN des échantillons de lait utilisés pour étalonner l'instrument est constante d'un échantillon à l'autre au sein de chaque jeu d'étalons et d'un jeu à l'autre. Si l'azote non protéinique varie d'un échantillon à l'autre au sein du jeu d'étalons, des distorsions d'ajustement de la pente entraîneront un écart-type des écarts plus important entre l'azote total obtenu par la méthode Kjeldahl de référence et les résultats instrumentaux.

Des variations dans la teneur en NPN au sein d'un jeu et entre jeux de laits étalons utilisés dans différents laboratoires augmenteront la différence moyenne et l'écart-type des différences entre les résultats instrumentaux de protéines de différents laboratoires lorsque l'étalonnage est fondé sur l'azote total. Si l'azote total est employé comme référence d'étalonnage, il est important que la teneur moyenne en NPN des laits mis en œuvre pour l'étalonnage soit aussi proche que possible de la moyenne de la population et que la variation du rapport NPN/TN d'un échantillon à l'autre au sein du jeu soit aussi petite que possible. Il est indispensable que les analystes soient conscients de cette source d'erreur dans l'étalonnage en protéine.

6.2.3.2 Variation en acide citrique

L'acide citrique absorbe l'énergie à 6,5 μm , c'est-à-dire là où les protéines sont aussi déterminées. Les variations de teneur en acide citrique devront par conséquent être compensées en modifiant les calibrages des protéines.

6.2.3.3 Lipolyse

Une augmentation de l'indice de lipolyse de 1 milliéquivalent par 100 g de matière grasse, mesuré par la méthode BDI, se traduit par une augmentation de +0,013 % à 6,5 μm pour un échantillon contenant une fraction massique de protéines de 3 %.

6.2.4 Conservateurs

Les conservateurs peuvent influencer sur la réponse infrarouge. Ces effets peuvent être différents pour des composants différents et peuvent varier d'un instrument à l'autre. Il est par conséquent important que ces effets spécifiques soient pris en compte avant la mise en œuvre d'une quelconque conservation d'échantillons dans un plan d'étalonnage.

7 Étalonnage de l'appareil

7.1 Objectif

Il est souhaitable de régler le signal de l'appareil à chaque longueur d'onde de telle sorte qu'à tous les niveaux de concentration de l'élément mesuré, les lectures fournies par l'appareil soient à peu près équivalentes aux teneurs déterminées par la méthode de référence.

Les méthodes de référence acceptées internationalement pour la détermination de la teneur en matière grasse, en protéines et en lactose doivent être utilisées, c'est-à-dire, respectivement, l'ISO 1211, les parties 1, 2, 4 et 5 de l'ISO 8968 et les parties 1 et 2 de l'ISO 5765. Pour des raisons pratiques ou dans certaines circonstances, d'autres méthodes, telles que la méthode butyrométrique Gerber pour la matière grasse et la méthode au Noir Amido pour la teneur en protéines, peuvent être utilisées, pourvu qu'elles soient régulièrement contrôlées avec les méthodes de référence correspondantes.

Les appareils infrarouges ayant des systèmes d'étalonnage différents, il n'est pas possible de donner une méthodologie précise. C'est au constructeur qu'il incombe de fournir aux laboratoires les moyens leur permettant d'étalonner les appareils de telle sorte qu'ils répondent aux spécifications données au paragraphe 7.2.

7.2 Contrôle de l'étalonnage initial pour la matière grasse, les protéines et le lactose

7.2.1 Échantillons de laits

Collecter un certain nombre de laits de troupeau, représentatifs de l'ensemble des laits produits dans la zone d'activité du laboratoire, et dont la composition varie régulièrement sur toute la gamme des concentrations de chaque composant à mesurer, soit entre une fraction massique de 2,5 % et 5,0 % environ de matière grasse et entre 2,5 % et 4,0 % environ de protéines. Dans le cas de mesurage sur des échantillons de lait provenant de vaches individuelles, les fractions massiques de matière grasse et de protéines doivent s'élever respectivement à 7,0 % et 5,0 %. Normalement, le nombre de tels échantillons sera supérieur à 15 mais ne sera que rarement supérieur à 50.

Le cas échéant, les échantillons pourront être additionnés d'un produit de conservation utilisé habituellement par le laboratoire. Ils ne devront présenter aucun signe d'altération physique et il convient d'éliminer les laits ayant plus de 10^6 cellules somatiques par millilitre.

NOTE Les échantillons représentatifs sont constitués d'un jeu d'échantillons étalons représentatifs de la population ciblée tenant compte de tous les phénomènes environnementaux et biologiques connus ou non connus pouvant influencer les réponses des appareils pour ce qui est des concentrations en matière grasse, en protéines et en lactose. La liste des phénomènes connus constitue la base du schéma de contrôle du jeu d'échantillons. Les échantillons sélectionnés au hasard modélisent les phénomènes non connus; ils constituent la partie naturelle du jeu d'échantillons.

7.2.2 Analyses

Analyser en double exemplaire les échantillons individuels par les méthodes de référence pour obtenir les résultats y_i , et en triple exemplaire pour obtenir les résultats x_i , en utilisant l'appareil en cours d'étalonnage.

7.2.3 Calculs

Calculer les moyennes arithmétiques x et y des répétitions de chacun des échantillons et noter les valeurs obtenues (x et y) sur un graphique, de façon à vérifier qu'il n'existe pas de points aberrants; le cas échéant, refaire les analyses.

Pour chaque composant, calculer l'équation de régression $y = bx + a$ ainsi que l'écart-type résiduel ($s_{y,x}$) déduit de la régression. Il convient que la valeur $s_{y,x}$ n'excède pas 0,06 % pour chaque composant.

Étalonner ensuite l'appareil selon les indications données par le constructeur.

Cette standardisation du mode opératoire est censée assurer le plus haut niveau de sécurité en ce qui concerne l'étalonnage de l'appareil, mais les coûts en sont relativement élevés. Les méthodes suivantes, plus simples, sont envisageables, mais elles peuvent éventuellement mener à un étalonnage moins précis.

- L'étalonnage peut être effectué dans un laboratoire central, utilisant quelques échantillons de lait de référence dont la composition a été obtenue à partir d'un appareil standardisé au laboratoire central, conformément au mode opératoire prescrit. Il convient que ces échantillons d'étalonnage, dits de «transfert», soient représentatifs de la gamme complète de variations des teneurs en matière grasse, en protéines et en lactose, autant que possible sans qu'il y ait de corrélation entre les composants. Les échantillons pourront être préparés en suivant la procédure décrite à l'annexe C.
- Au lieu d'analyser chaque échantillon de lait de troupeau individuel, on peut constituer entre six et huit échantillons composites, présentant des niveaux de concentration différents.
- À partir d'un échantillon représentatif de lait de grand mélange, on peut préparer 10 à 12 échantillons de concentrations différentes, en ajustant la teneur en matière grasse et en protéines par addition d'une certaine proportion de lait écrémé, de crème, de rétentat et d'ultrafiltrat (voir annexe C).

7.3 Maintenance de l'étalonnage et confirmation de sa validité

Compte tenu du grand nombre de types d'étalonnages d'instruments utilisés, résultant d'un choix, d'une préférence ou d'une nécessité, il convient de valider l'étalonnage au moyen d'analyses chimiques de référence effectués sur des échantillons prélevés au hasard, lesquels doivent être normalement analysés en routine par l'instrument.

Collecter chaque semaine, ou plus fréquemment lorsque le mode d'alimentation de l'animal change, un petit nombre (par exemple 4 ou 5) d'échantillons représentatifs de lait de grand mélange, et procéder aux déterminations par la méthode de référence et avec l'appareil, pour chacun des composants.

Si la moyenne des différences algébriques entre les résultats donnés par l'appareil et les résultats de la méthode de référence est plus élevée que la précision prévue pour l'appareil (voir 12.3), refaire l'étalonnage. C'est le seul moyen de vérifier que l'étalonnage retenu pour l'appareil, avec des échantillons étalons d'un certain type, est réellement effectif comme prévu, dans le cas des mesurages sur des échantillons analysés en série.

Tous les trois mois, vérifier l'étalonnage de l'appareil selon la méthode donnée en 7.2. Il convient qu'une vérification de l'étalonnage soit entreprise chaque fois qu'il y a une intervention ou un changement au niveau d'un organe essentiel de l'appareil (cuve de mesure, homogénéisateur, filtres interférentiels).

8 Échantillonnage

L'échantillonnage ne fait pas partie de la méthode spécifiée dans la présente Norme internationale. Une méthode d'échantillonnage recommandée est donnée dans l'ISO 707.