
**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 8156:2005](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5e1d2897-2802-4de1-833e-107e679b70dd/iso-8156-2005)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5e1d2897-2802-4de1-833e-107e679b70dd/iso-8156-2005>



Numéros de référence
ISO 8156:2005(F)
FIL 129:2005(F)

© ISO et FIL 2005

PDF – Exonération de responsabilité

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO et la FIL déclinent toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO et les comités nationaux de la FIL. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central de l'ISO à l'adresse donnée ci-dessous.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 8156:2005](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5e1d2897-2802-4de1-833e-107e679b70dd/iso-8156-2005)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5e1d2897-2802-4de1-833e-107e679b70dd/iso-8156-2005>

© ISO et FIL 2005

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 soit de l'ISO soit de la FIL à l'adresse respective ci-après.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Fédération Internationale de Laiterie
Diamant Building • Boulevard Auguste Reyers 80 • B-1030 Bruxelles
Tel. + 32 2 733 98 88
Fax + 32 2 733 04 13
E-mail info@fil-idf.org
Web www.fil-idf.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
Avant-propos.....	v
Introduction	vi
1 Objet et domaine d'application.....	1
2 Termes et définitions.....	1
3 Principe.....	1
4 Réactif	1
5 Appareillage	2
6 Échantillonnage	5
7 Mode opératoire (voir également Article 10 et, en particulier, 10.3).....	6
7.1 Préparation de l'échantillon pour essai.....	6
7.2 Préparation du bol de mélange	6
7.3 Prise d'essai	6
7.4 Détermination.....	6
8 Expression des résultats.....	7
9 Fidélité	8
9.1 Essai interlaboratoires	8
9.2 Répétabilité.....	8
9.3 Reproductibilité.....	8
10 Notes sur le mode opératoire	8
11 Rapport d'essai	9
Bibliographie	10

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 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. 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.

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. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

L'ISO 8156|FIL 129 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits alimentaires*, sous-comité SC 5, *Lait et produits laitiers*, et la Fédération internationale de laiterie (FIL). Elle est publiée conjointement par l'ISO et la FIL.

Cette édition de l'ISO 8156|FIL 129 annule et remplace l'ISO 8156:1987, dont elle constitue une révision mineure.

ISO 8156:2005
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5e1d2897-2802-4de1-833e-107e679b70dd/iso-8156-2005>

Avant-propos

La **FIL (Fédération internationale de laiterie)** est une fédération mondiale du secteur laitier avec un Comité National dans chacun de ses pays membres. Chaque Comité National a le droit de faire partie des Comités permanents de la FIL auxquels sont confiés les travaux techniques. La FIL collabore avec l'ISO pour l'élaboration de méthodes normalisées d'analyse et d'échantillonnage pour le lait et les produits laitiers.

Les projets de Normes internationales adoptés par les Équipes d'Action et les Comités permanents sont soumis aux Comités Nationaux pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 50 % au moins des Comités Nationaux votants de la FIL.

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.

L'ISO 8156|FIL 129 a été élaborée par la Fédération internationale de laiterie (FIL) et le comité technique ISO/TC 34, *Produits alimentaires*, sous-comité SC 5, *Lait et produits laitiers*. Elle est publiée conjointement par la FIL et l'ISO.

L'ensemble des travaux a été confié à l'Équipe d'Action mixte ISO/FIL/AOAC du Comité permanent chargé des *Propriétés physiques des produits laitiers secs*, sous la conduite de son chef de projet, Monsieur J. de Vilder (BE).

Cette édition de l'ISO 8156|FIL 129 annule et remplace la FIL 129A:1988, dont elle constitue une révision mineure.

[ISO 8156:2005](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5e1d2897-2802-4de1-833e-107e679b70dd/iso-8156-2005)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5e1d2897-2802-4de1-833e-107e679b70dd/iso-8156-2005>

Introduction

0.1 Il existe plusieurs méthodes gravimétriques assez élaborées de détermination de la solubilité du lait sec (par exemple Références [1] et [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 (voir Référence [3]) 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 quelques 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 inadaptées 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 à 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 de solubilité 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 solubles et ceci peut provoquer, avec le départ de la matière grasse combinée, une réduction importante du volume de sédiment (voir Références [4] à [6]).

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 interlaboratoires et est considérée comme satisfaisante.

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

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, qu'ils soient instantanés ou non.

NOTE Ces produits laitiers sont respectivement définis dans la Référence [7] comme «lait en poudre entier», «lait en poudre partiellement écrémé» et «lait en poudre écrémé».

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 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

2.1

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 dans la présente Norme internationale

3 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 de dispersion du sédiment après ajout d'eau à la même température que celle utilisée pour le reconstitution. Centrifugation du mélange et lecture du volume, en millilitres, du sédiment (résidu insoluble) obtenu.

4 Réactif

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

4.1 Agent antimoissant au silicone, par exemple une émulsion aqueuse contenant 30 % (fraction massique) de silicone.

Vérifier que l'agent antimoissant au silicone est approprié en suivant le mode opératoire décrit dans l'Article 7 mais sans prise d'essai. Il ne doit pas y avoir plus d'une trace de liquide de silicone ($\leq 0,01$ ml) au fond du tube en fin de mode opératoire.

5 Appareillage

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

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

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 spécifiées en 7.1 et 7.3 (et également en 7.4.8).

5.2 Bain(s) d'eau, réglable(s) à $24,0\text{ °C} \pm 0,2\text{ °C}$ et/ou $50,0\text{ °C} \pm 0,2\text{ °C}$ dans le(s)quel(s) un ou plusieurs bols de mélange (5.3) peut (peuvent) être placés (voir 9.3).

5.3 Bol de mélange, en verre, de 500 ml de capacité, pour utilisation avec le mélangeur (5.8).

Le bol de mélange (modèle à feuille de trèfle) est illustré à la Figure 1; les dimensions sont approximatives.

5.4 Cuillère, à surface lisse, ou **papier pour échantillonner**, noir, glacé (de dimensions 140 mm × 140 mm), pour peser la prise d'essai (7.3).

5.5 Balance, précise à 0,01 g.

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

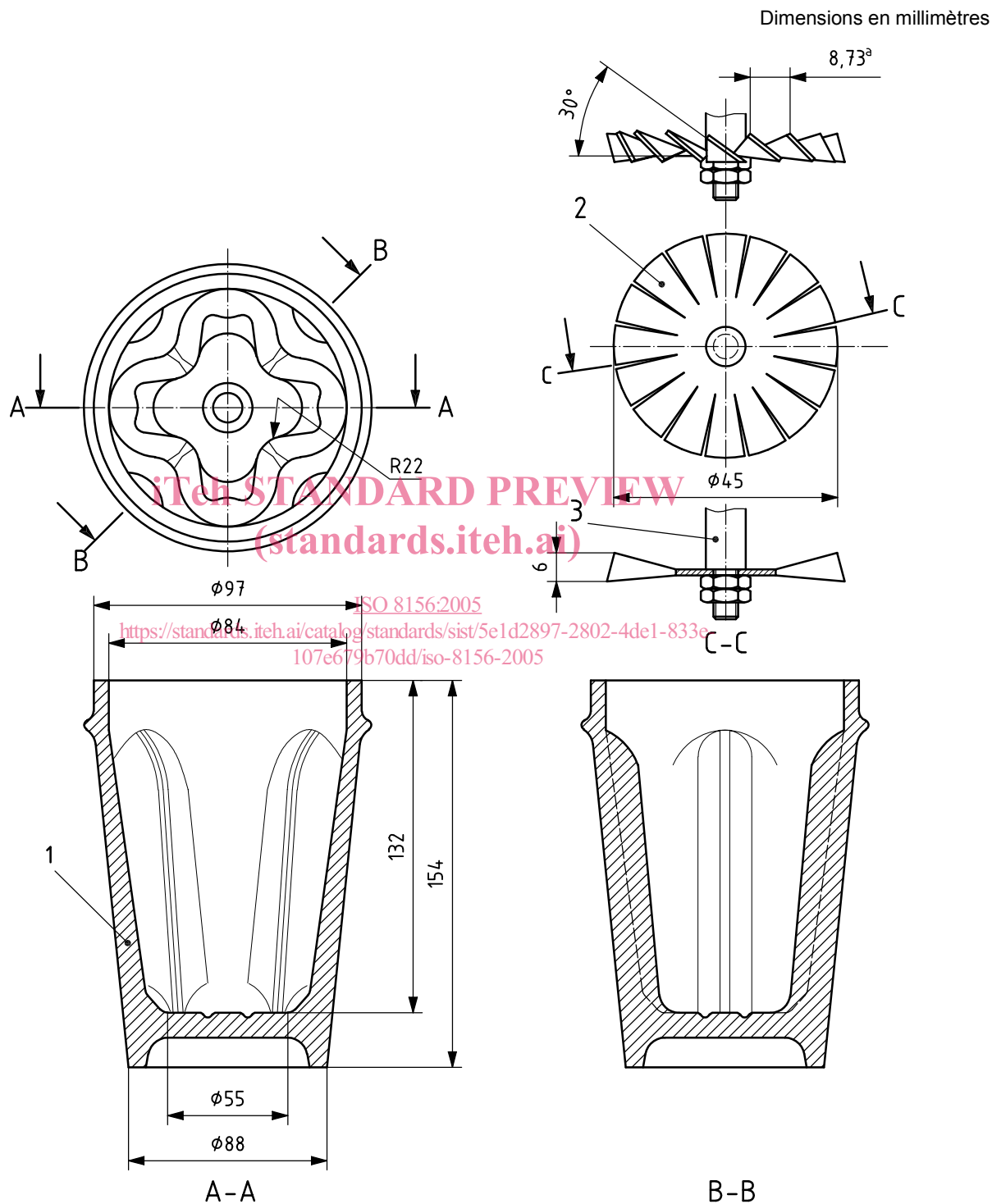
NOTE La plus faible capacité calorifique d'une éprouvette en plastique, comparée à une éprouvette en verre, réduit les modifications possibles de la température de l'eau introduite dans l'éprouvette (voir 7.4.1).

5.7 Brosse, permettant d'enlever toutes les particules de la prise d'essai adhérant à la cuillère ou au papier pour échantillonner (5.4).

5.8 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.

- L'hélice à 16 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).
- 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 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.
- Une fois le bol de mélange (5.3) 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 $10\text{ mm} \pm 2\text{ mm}$; 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 $122\text{ mm} \pm 2\text{ mm}$ et de $115\text{ mm} \pm 2\text{ mm}$ au plan de la partie inférieure des pales de l'hélice. L'hélice doit être également située au centre du bol.
- Dès que le bol de mélange contenant 100 ml d'eau à 24 °C, avec ou sans addition d'une prise d'essai appropriée (7.3), 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 (vue du 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 (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 (vue du 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.



Légende

- | | | | | | |
|---|----------------|---|--------|---|------------------|
| 1 | bol de mélange | 2 | hélice | 3 | axe du mélangeur |
|---|----------------|---|--------|---|------------------|
- ^a Distances horizontales entre pales (autour de la circonférence).

Figure 1 — Bol de mélange à hélice