
**Lait et produits laitiers liquides —
Lignes directrices pour l'application
de la spectrométrie dans le moyen
infrarouge**

*Milk and liquid milk products — Guidelines for the application of mid-
infrared spectrometry*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 9622:2013](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e088ef1a-5f1b-4893-8db5-381c141029a6/iso-9622-2013)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e088ef1a-5f1b-4893-8db5-
381c141029a6/iso-9622-2013](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e088ef1a-5f1b-4893-8db5-381c141029a6/iso-9622-2013)



Numéros de référence
ISO 9622:2013(F)
FIL 141:2013(F)

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 9622:2013](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e088ef1a-5f1b-4893-8db5-381c141029a6/iso-9622-2013)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e088ef1a-5f1b-4893-8db5-381c141029a6/iso-9622-2013>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO/FIL 2013

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, 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, l'affichage sur l'internet ou sur un Intranet, sans autorisation écrite préalable. Les demandes d'autorisation peuvent être adressées à l'ISO ou à la FIL, à l'une ou l'autre des adresses ci-après, ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

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

International Dairy Federation
Silver Building • Bd Auguste Reyers 70/B • B-1030 Brussels
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	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principe	2
5 Principales caractéristiques des appareils infrarouges	2
6 Facteurs affectant les mesures	2
6.1 Facteurs relatifs aux appareils.....	2
6.2 Facteurs physico-chimiques et biologiques.....	6
7 Étalonnage de l'appareil	9
7.1 Objectif.....	9
7.2 Modèles d'étalonnage spectral.....	9
7.3 Réglages de base.....	10
7.4 Vérification de la pente et de l'ordonnée à l'origine.....	10
8 Échantillonnage	11
9 Détermination	11
10 Vérification journalière de la stabilité à court terme de l'appareil	11
10.1 Généralités.....	11
10.2 Préparation et conservation des échantillons de contrôle.....	12
10.3 Analyse des échantillons de contrôle.....	12
10.4 Contrôle du mode opératoire analytique.....	12
10.5 Réajustement des réglages de l'appareil.....	12
11 Fidélité	13
11.1 Répétabilité.....	13
11.2 Reproductibilité intralaboratoire.....	13
11.3 Reproductibilité.....	13
12 Rapport d'essai	14
Bibliographie	15

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 procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/CEI, 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/CEI, Partie 2, www.iso.org/directives.

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. 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 sur la liste ISO des déclarations de brevets reçues, www.iso.org/brevets.

Les éventuelles appellations commerciales utilisées dans le présent document sont données pour information à l'intention des utilisateurs et ne constituent pas une approbation ou une recommandation.

Le comité chargé de l'élaboration du présent document est l'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.

[ISO 9622:2013](https://standards.iso/iso-9622-2013)

Cette deuxième édition de l'ISO 9622|FIL 141 annule et remplace la première édition (ISO 9622:1999), qui a fait l'objet d'une révision technique. <https://standards.iso/catalog/standards/sist/088ef1a-5f1b-4893-8d15-381c141029a6/iso-9622-2013>

Avant-propos

La FIL (Fédération Internationale du Lait) 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.

La tâche principale des Comités permanents est d'élaborer les Normes internationales. Les projets de Normes internationales ayant reçu l'approbation des Comités permanents sont soumis aux Comités Nationaux pour entérinement avant publication comme Normes internationales. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 50 % au moins des Comités Nationaux votants.

L'attention est attirée sur le fait que certains éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de brevets. La FIL ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

Les éventuelles appellations commerciales utilisées dans le présent document sont données pour information à l'intention des utilisateurs et ne constituent pas une approbation ou une recommandation.

L'ISO 9622|FIL 141 a été élaborée par la Fédération internationale du Lait (FIL) et par le comité technique ISO/TC 34, *Produits alimentaires*, sous-comité SC 5, *Lait et produits laitiers*. Elle est publiée conjointement par l'ISO et la FIL.

L'ensemble des travaux a été confié à un Groupe de projet ISO-FIL sur les Lignes directrices pour l'application de la spectrométrie dans le moyen infrarouge, du Comité permanent sur les Statistiques et les méthodes automatisées (SCSA), sous la conduite de ses chefs de projet, Mr P. Sauvé (CA) et Mr H. van den Bijgaart (NL).

Cette deuxième édition de l'ISO 9622|FIL 141 annule et remplace la FIL 141C:2000, dont elle constitue une révision technique.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 9622:2013](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e088ef1a-5fb-4893-8db5-381c141029a6/iso-9622-2013>

Lait et produits laitiers liquides — Lignes directrices pour l'application de la spectrométrie dans le moyen infrarouge

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale donne des lignes directrices pour l'analyse quantitative de la composition du lait et des produits laitiers liquides, tels que le lait cru, le lait traité, la crème et le lactosérum, par mesure de l'absorption dans le moyen infrarouge.

Des capteurs intégrés supplémentaires, tels qu'un capteur de conductivité, peuvent améliorer les performances de la détermination des paramètres de composition et permettre d'estimer d'autres paramètres.

Les lignes directrices spécifiées sont applicables à l'analyse du lait de vache. Les lignes directrices sont également applicables à l'analyse du lait d'autres espèces (chèvre, brebis, bufflonne, etc.) et aux produits laitiers liquides dérivés, à condition de générer les étalonnages adéquats pour chaque application et de disposer de modes opératoires de contrôle adéquats.

L'application est limitée aux produits à faible viscosité pouvant être pompés à travers le système fluide de l'analyseur et aux analytes qui n'entraînent pas de saturation optique aux longueurs d'onde spécifiques utilisées.

iTeh STANDARD PREVIEW

2 Références normatives (standards.iteh.ai)

Les documents suivants, en tout ou partie, sont référencés de manière normative dans le présent document et sont indispensables pour son application. 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 8196|FIL 128 (toutes les parties), *Lait — Définition et évaluation de la précision globale des méthodes alternatives d'analyse du lait*

ISO 8968-1|FIL 20-1, *Lait — Détermination de la teneur en azote — Partie 1: Méthode Kjeldahl*

ISO 8968-2|FIL 20-2, *Lait — Détermination de la teneur en azote — Partie 2: Méthode de minéralisation en bloc (Méthode macro)*

ISO 8968-5|FIL 20-5, *Lait — Détermination de la teneur en azote — Partie 5: Détermination de la teneur en azote protéique*

NOTE D'autres documents normatifs peuvent s'appliquer en fonction de l'application ou de l'étalonnage spécifique de l'analyseur automatisé.

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions de l'ISO 8196|FIL 128 (toutes les parties), ainsi que les suivants, s'appliquent.

3.1

étalonnage spectral

modèle d'étalonnage spectral

étalonnage basé sur la combinaison de signaux d'absorption à différentes (>2) longueurs d'onde dans la région du moyen infrarouge ou de signaux provenant d'autres capteurs, optimisé mathématiquement pour parvenir à la meilleure estimation du paramètre concerné

3.2

étalonnage de la pente et de l'ordonnée à l'origine

coefficients de régression linéaire simple établis à partir d'une régression des moindres carrés des résultats instrumentaux optimisés par rapport aux résultats obtenus avec des méthodes physico-chimiques de référence

4 Principe

Après prétraitement et homogénéisation, lorsque cela est nécessaire, l'échantillon est mesuré à l'aide d'un spectromètre à infrarouge qui enregistre la quantité de rayonnements absorbés en transmission à des longueurs d'onde spécifiques dans la région du moyen infrarouge. Les données spectrales sont transformées en estimations des concentrations de constituants ou d'autres paramètres physico-chimiques à l'aide de modèles d'étalonnage développés à partir d'échantillons représentatifs de la population à analyser. Pour certains paramètres, par exemple équivalent point de congélation, des signaux provenant de capteurs supplémentaires installés peuvent être intégrés dans le modèle d'étalonnage.

5 Principales caractéristiques des appareils infrarouges

Les signaux aux longueurs d'onde adéquates peuvent être produits soit par interférogramme après transformation de Fourier, soit par des filtres optiques interférentiels. Les appareils et les modèles d'étalonnage appliqués peuvent présenter des différences en ce qui concerne le nombre de longueurs d'onde spécifiques utilisées pour estimer les paramètres concernés.

Un appareil infrarouge est un appareil en vente dans le commerce qui, lorsqu'il est utilisé dans les conditions définies dans la présente Norme internationale, permet d'estimer la composition et d'autres paramètres dans le lait et les produits laitiers liquides.

6 Facteurs affectant les mesures

ISO 9622:2013

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e088ef1a-5f1b-4893-8db5-381c141029a6/iso-9622-2013>

6.1 Facteurs relatifs aux appareils

6.1.1 Répétabilité

Pour vérifier la répétabilité des appareils, analyser un échantillon représentatif uniforme au moins 12 fois de suite. Les résultats des deux premières répétitions sont éliminés pour minimiser la contamination entre échantillons. Il convient que la répétabilité calculée soit conforme aux limites de répétabilité pour le paramètre concerné et la matrice d'échantillons.

6.1.2 Stabilité du zéro

Pour surveiller la stabilité du zéro, un échantillon à blanc (eau ou solution zéro) est analysé périodiquement pendant l'utilisation en routine de l'appareil. Il convient que toute dérive soit relativement faible et aléatoire en termes de sens (\pm), de sorte que la dérive cumulée soit minime. Un graphique de la dérive du zéro en fonction du temps peut constituer un moyen efficace de suivre la stabilité de l'appareil.

NOTE Certains appareils sont réglés en usine pour corriger automatiquement le zéro à des intervalles réguliers. Il est prévu que les opérateurs examinent ces corrections automatiques pour garantir que la dérive cumulée n'est pas excessive.

6.1.3 Homogénéisation

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 avec la moyenne de cinq répétitions ne doit pas excéder 0,04 % de matière grasse pour un échantillon de lait contenant une concentration (fraction massique) de 4,0 % de matière grasse laitière. Pour calculer la limite appropriée pour des

concentrations en matière grasse laitière différentes de 4,0 %, multiplier la teneur réelle en matière grasse par 0,01.

NOTE 1 Ce mode opératoire n'est applicable qu'aux appareils dans lesquels le contenu homogénéisé peut être recueilli spécifiquement.

NOTE 2 Pour les applications incluant des échantillons avec des teneurs plus élevées en matière grasse (par exemple crème crue), il est conseillé de vérifier l'efficacité de l'homogénéisation avec un échantillon à haute teneur en matière grasse représentatif. Les paramètres spécifiques de la performance de l'homogénéisateur dépendent de la matrice.

NOTE 3 Pour chaque composant de la matière grasse laitière (par exemple acides gras individuels ou groupes d'acides gras) le résultat dépend de l'efficacité de l'homogénéisation. Les différentes longueurs d'onde utilisées dans les modèles d'étalonnage ont une sensibilité inégale à l'efficacité de l'homogénéisateur et potentiellement des effets relatifs plus importants que pour la matière grasse. Lorsque ces composants sont mesurés, il est prévu de réaliser un essai de l'efficacité d'homogénéisation pour ceux-ci, la différence ne dépassant pas la limite de répétabilité pour ce composant.

AVERTISSEMENT — Les résultats de cet essai peuvent être trompeurs; en effet, un appareil dans lequel l'homogénéisateur ne fonctionne pas du tout ne donne que très peu de différence entre la première et la seconde analyse.

Un autre mode opératoire possible consiste à obtenir un échantillon non homogénéisé ainsi qu'un échantillon homogénéisé du même lait, soit en collectant du lait cru et traité provenant du même tank, soit en produisant de plus petits volumes au moyen d'un homogénéisateur de laboratoire ou d'un système pilote. Mesurer ensuite le lait homogénéisé et le lait non homogénéisé et comparer la différence de résultats par rapport à la limite mentionnée ci-dessus.

Il est supposé que l'efficacité de l'homogénéisateur externe est bonne. Cela peut être vérifié par l'analyse de la dimension des particules du lait homogénéisé. Une plage de tailles des globules gras raisonnable se caractérise par un $d(0,9)$ compris entre 1,4 μm et 1,5 μm [$d(0,9)$ signifie que 90 % des globules de matière grasse laitière ont un diamètre inférieur à d] (Référence [17]).

Certains appareils permettent à l'utilisateur de surveiller la valeur d'un indice d'homogénéisation pour suivre les performances de l'homogénéisateur. Il convient de suivre les lignes directrices du fabricant.

La surveillance de la répétabilité de l'appareil peut également fournir des informations utiles sur l'état de l'homogénéisateur. Si la répétabilité sur du lait homogénéisé est satisfaisante alors que la répétabilité sur du lait cru est mauvaise (plus du double de la variation), il est probable que l'homogénéisateur ne fonctionne pas correctement.

6.1.4 Linéarité

NOTE 1 La vérification de la linéarité décrite dans le présent paragraphe ne s'applique qu'à la mesure des composants majeurs du lait. Les vérifications de la linéarité pour d'autres applications seront différentes, en particulier pour les produits à plus haute teneur en matière grasse ou pour des paramètres autres que les composants majeurs du lait. Il convient alors de suivre les lignes directrices du fabricant.

NOTE 2 La linéarité peut être évaluée sur une base masse/masse ou sur une base masse/volume. Comme la cuvette de l'appareil contient un volume spécifique d'échantillon, la solution la plus idéale consiste à évaluer la linéarité sur une base masse/volume. Dans tous les cas, les solutions pour la vérification de la linéarité sont préparées en pesant précisément les fractions. Pour évaluer la linéarité sur une base en volume, il faut réaliser des mesures de la masse volumique précise de chaque fraction et calculer des conversions appropriées.

NOTE 3 Avant d'évaluer la linéarité, il est essentiel de confirmer que l'homogénéisateur de l'appareil fonctionne correctement (voir 6.1.3).

Pour vérifier la linéarité pour chacun des composants majeurs du lait, préparer au moins dix solutions de concentration connue, qui couvrent la plage type du composant spécifique. Les solutions suivantes sont recommandées.

- a) Crème homogénéisée, ayant une concentration (fraction massique) en matière grasse de 8 %, diluée avec du lait écrémé ou une solution zéro, pour vérifier la linéarité pour la détermination de la teneur en matière grasse. Si de la crème homogénéisée avec cette teneur en matière grasse n'est pas disponible, de la crème non homogénéisée peut également être utilisée à condition que l'homogénéisateur de l'appareil fonctionne à un niveau acceptable (voir [6.1.3](#)).
- b) Rétentat UF de lait écrémé, dilué avec de l'ultrafiltrat, pour vérifier la linéarité pour la détermination de la teneur en protéines. Il est aussi possible d'utiliser un concentré de protéine de lactosérum, du caséinate de calcium, du propionate de calcium, du lait écrémé en poudre ou concentré dilué avec de l'eau distillée. Il est recommandé que la solution mère contienne une concentration (fraction massique) de protéines d'environ 5,5 %.
- c) Solution composée de 60 g/l de lactose monohydraté, dilué avec de l'eau ou une solution minérale de lait (Référence [\[14\]](#)) pour vérifier la linéarité pour la détermination de la teneur en lactose.

À l'aide d'une solution mère, dont la concentration se situe dans l'extrémité supérieure de la plage de teneur évaluée, il est possible de réaliser des dilutions en série comme indiqué dans le [Tableau 1](#).

Tableau 1 — Dilutions en série

Parties de solution mère	Parties de diluant	Concentration relative
100	0	1,0
90	10	0,9
80	20	0,8
70	30	0,7
60	40	0,6
50	50	0,5
40	60	0,4
30	70	0,3
20	80	0,2
10	90	0,1
0	100	0,0

Il convient que la concentration des solutions augmente régulièrement de zéro à la limite supérieure de la teneur souhaitée.

Analyser chaque échantillon en triple, faire la moyenne des résultats et calculer l'équation de régression linéaire $y = bx + a$. Appliquer une régression linéaire avec les valeurs prévues par échantillon sur l'axe des abscisses et les valeurs mesurées par échantillon sur l'axe des ordonnées. Calculer les résidus $e_i = y_i - (bx_i + a)$ à partir de la régression. Placer les résidus e_i (axe des ordonnées) en fonction de la concentration du composant en solution (axe des abscisses) sur un graphique. Un examen visuel des points correspondant aux données recueillies fournit généralement des informations suffisantes sur la linéarité du signal. Il convient de supprimer tout résidu aberrant et de répéter le processus de calcul avec les données restantes avant d'appliquer l'essai suivant.

Lorsqu'elle est observée, la courbe peut être exprimée par le rapport, r , à l'aide de la Formule (1):

$$r = \frac{(e_{\max} - e_{\min})}{(M_{\max} - M_{\min})} \times 100 \quad (1)$$

où

e_{\max} est la valeur numérique du résidu maximal à partir de la régression;

e_{\min} est la valeur numérique du résidu minimal à partir de la régression;

M_{\max} est la valeur numérique de la valeur mesurée supérieure pour le jeu d'échantillons concerné;

M_{\min} est la valeur numérique de la valeur mesurée inférieure pour le jeu d'échantillons concerné.

Il convient que le rapport, r , soit inférieur à 2 %. Si la valeur est supérieure, de meilleures performances peuvent être obtenues en réalisant des étalonnages séparés pour différentes plages.

Enfin, ajuster la linéarité de la réponse de l'appareil pour le composant conformément aux instructions du fabricant. Voir également la Référence [18].

NOTE Il est également possible de combiner une vérification de la linéarité et l'étalonnage de la pente et de l'ordonnée à l'origine.

6.1.5 Contamination entre échantillons

La contamination entre échantillons est définie comme le volume résiduel de l'échantillon précédent exprimé sous forme de pourcentage du volume total de la cuve de l'appareil après une seule séquence de pompage d'un échantillon dans la cuve de l'appareil.

Les facteurs/problèmes internes qui modifient la contamination entre échantillons incluent les réglages de la pompe, les défaillances du système fluidique et les facteurs de compensation, tandis que les facteurs externes incluent la contamination à partir de l'agitateur et de la pipette.

Pour évaluer la contamination entre échantillons du système complet, y compris celle du système d'échantillonnage automatique appliqué, analyser les échantillons provenant de 20 flacons distincts en utilisant le système complet.

Pour évaluer la contamination entre échantillons du système fluidique, analyser les échantillons manuellement, en essuyant la pipette entre les cycles.

Pour vérifier la contamination entre échantillons, analyser successivement 20 échantillons d'eau et de lait entier (faire attention avec le lait cru qui doit être homogène), en suivant la séquence eau, eau, lait, lait, eau, eau etc., et enregistrer, pour chaque échantillon d'eau et de lait, les résultats pour tous les paramètres des composants majeurs.

Pour chaque paramètre, calculer la contamination entre l'échantillon d'eau par rapport au lait, E_w , et du lait par rapport à l'eau, E_M , à l'aide de la Formule (2) et de la Formule (3):

$$E_w = \frac{(m_2 - m_1)}{(m_2 - w_2)} \times 100 \quad (2)$$