

NORME  
INTERNATIONALE

ISO  
23291

FIL 248

Première édition  
2020-01

---

---

**Lait et produits laitiers — Lignes  
directrices pour l'application de la  
spectrométrie infrarouge *in-line* et  
*on-line***

*Milk and milk products — Guidelines for the application of in-line and  
on-line infrared spectrometry*

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 23291:2020

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f3b5e06f-8537-4067-af96-00eb21996ac4/iso-23291-2020>



Numéros de référence  
ISO 23291:2020(F)  
FIL 248:2020(F)

© ISO et FIL 2020

## iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 23291:2020

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f3b5e06f-8537-4067-af96-00eb21996ac4/iso-23291-2020>



### DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO et FIL 2020

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office  
Case postale 401 • Ch. de Blandonnet 8  
CH-1214 Vernier, Genève  
Tél.: +41 22 749 01 11  
Fax: +41 22 749 09 47  
E-mail: [copyright@iso.org](mailto:copyright@iso.org)  
Web: [www.iso.org](http://www.iso.org)

International Dairy Federation  
Silver Building • Bd Auguste Reyers 70/B  
B-1030 Brussels  
Tél.: + 32 2 325 67 40  
Fax: + 32 2 325 67 41  
E-mail: [info@fil-idf.org](mailto:info@fil-idf.org)  
Web: [www.fil-idf.org](http://www.fil-idf.org)

Publié en Suisse

# Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
<b>1</b> <b>Domaine d'application</b> .....	<b>1</b>
<b>2</b> <b>Références normatives</b> .....	<b>1</b>
<b>3</b> <b>Termes et définitions</b> .....	<b>1</b>
<b>4</b> <b>Principe</b> .....	<b>2</b>
<b>5</b> <b>Appareillage</b> .....	<b>2</b>
<b>6</b> <b>Considérations relatives à l'installation et à l'échantillonnage</b> .....	<b>2</b>
6.1    Généralités.....	2
6.2    Systèmes d'analyse <i>in-line</i> .....	4
6.3    Systèmes d'analyse <i>on-line</i> .....	4
<b>7</b> <b>Types de flux de procédés</b> .....	<b>4</b>
7.1    Généralités.....	4
7.2    Liquides.....	4
7.3    Semi-solides.....	5
7.4    Poudres.....	5
<b>8</b> <b>Étalonnage et validation</b> .....	<b>5</b>
<b>9</b> <b>Surveillance à long terme et ajustement de l'étalonnage</b> .....	<b>6</b>
<b>10</b> <b>Statistiques pour la mesure des performances</b> .....	<b>7</b>
<b>Bibliographie</b> .....	<b>9</b>

ISO 23291:2020  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f3b5e06f-8537-4067-af96-00eb21996ac4/iso-23291-2020>

## Avant-propos

L'ISO (**Organisation internationale de normalisation**) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier, de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir [www.iso.org/directives](http://www.iso.org/directives)).

L'attention est attirée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir [www.iso.org/brevets](http://www.iso.org/brevets)).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

(standards.iteh.ai)

Pour une explication de la nature volontaire des normes, la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir [www.iso.org/avant-propos](http://www.iso.org/avant-propos).

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 34, *Produits alimentaires*, sous-comité SC 5, *Lait et produits laitiers* et la Fédération internationale du lait (FIL). Il est publié conjointement par l'ISO et la FIL.

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse [www.iso.org/fr/members.html](http://www.iso.org/fr/members.html).

La **FIL (Fédération internationale du lait)** est une organisation privée à but non lucratif qui représente les intérêts des divers acteurs de la filière laitière au niveau international. Les membres de la FIL sont organisés en comités nationaux, qui sont des associations nationales composées de représentants de groupes d'intérêt nationaux dans le secteur des produits laitiers, incluant des producteurs laitiers, des acteurs de l'industrie de transformation des produits laitiers, des fournisseurs de produits laitiers, des universitaires et des représentants des gouvernements/autorités chargées du contrôle des aliments.

L'ISO et la FIL collaborent étroitement à toutes les activités de normalisation concernant les méthodes d'analyse et d'échantillonnage du lait et des produits laitiers. Depuis 2001, l'ISO et la FIL publient conjointement leurs Normes internationales en utilisant les logos et les numéros de référence des deux organisations.

L'attention est attirée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. La FIL ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir [www.iso.org/brevets](http://www.iso.org/brevets)).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Le présent document a été élaboré par le *Comité permanent chargé des Statistiques et de l'automatisation* de la Fédération internationale du lait (FIL) et le comité technique ISO/TC 34, *Produits alimentaires*, sous-comité SC 5, *Lait et produits laitiers*. Il est publié conjointement par l'ISO et la FIL.

L'ensemble des travaux a été confié à l'équipe d'action mixte ISO-FIL (S12) du *Comité permanent chargé des Statistiques et de l'automatisation*, sous la conduite de ses chefs de projet, Dr. S. Holroyd (NZ) et Dr. A. Larsen (DK).

ISO 23291:2020

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f3b5e06f-8537-4067-af96-00eb21996ac4/iso-23291-2020>

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 23291:2020

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f3b5e06f-8537-4067-af96-00eb21996ac4/iso-23291-2020>

# Lait et produits laitiers — Lignes directrices pour l'application de la spectrométrie infrarouge *in-line* et *on-line*

## 1 Domaine d'application

Le présent document fournit des lignes directrices sur l'utilisation de la spectrométrie infrarouge pour des applications *in-line* et *on-line* dans le domaine de la transformation des produits laitiers. Ces applications sont différentes des celles traitées dans l'ISO 21543 | FIL 201.

Il est applicable, sans s'y limiter:

- à la détermination de la teneur en protéines, en matières grasses et en matières solides totales dans le lait liquide et les produits laitiers par spectrométrie dans le proche et le moyen infrarouge;
- à la détermination de la teneur en protéines, en matières grasses et en eau dans des flux de produits solides ou semi-solides, tels que la poudre de lait, le beurre et les flux laitiers liquides par spectrométrie dans le proche infrarouge.

## 2 Références normatives

Le présent document ne contient aucune référence normative.

## 3 Termes et définitions

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

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>

### 3.1

#### analyse *in-line*

analyse d'un produit au cours de laquelle la sonde s'interface directement avec le flux de produit mesuré, ou réalise une mesure par réflexion à travers une fenêtre optique dans le flux de produit

### 3.2

#### analyse *on-line*

analyse d'un produit au cours de laquelle la sonde s'interface indirectement avec le flux de produit mesuré par le biais d'une boucle de purge, d'un échantillonneur automatique ou par tout autre moyen permettant de réaliser un sous-échantillonnage

### 3.3

#### analyse *at-line*

analyse d'un produit au cours de laquelle l'instrument est physiquement distant du flux de produit mesuré et où l'échantillon est introduit manuellement dans l'instrument

Note 1 à l'article: Bien qu'elle ne soit pas traitée dans le présent document, cette définition est ajoutée ici pour distinguer ce type d'analyse spectrométrique de celle réalisée avec des appareillages *in-line* et *on-line*.

### 3.4

#### **instrument proche infrarouge instrument NIR**

appareillage utilisant des longueurs d'onde comprises entre 400 nm et 2 500 nm ou entre 25 000  $\text{cm}^{-1}$  et 4 000  $\text{cm}^{-1}$  (domaine visible et NIR) ou entre 12 820  $\text{cm}^{-1}$  et 4 000  $\text{cm}^{-1}$  (domaine NIR uniquement) qui, lorsqu'il est utilisé dans certaines conditions, estime les fractions massiques ou d'autres paramètres d'utilisation

### 3.5

#### **instrument moyen infrarouge instrument MIR**

appareillage utilisant des longueurs d'onde comprises entre 4 000  $\text{cm}^{-1}$  et 400  $\text{cm}^{-1}$ , qui, lorsqu'il est utilisé dans les conditions spécifiées dans le présent document, estime les fractions massiques ou d'autres paramètres d'utilisation spécifiés à l'[Article 1](#)

## 4 Principe

Un instrument *in-line* ou *on-line* est installé selon les lignes directrices fournies par le fabricant pour le type de procédé que l'on souhaite mesurer. L'absorbance dans l'étendue de longueur d'onde mentionnée ci-dessus est mesurée par transmission, réflexion et une combinaison des deux, ou par réflexion totale atténuée (ATR). Les informations spectrales obtenues sont transformées en concentrations des composants ou en valeurs des composants dans d'autres unités, au moyen de modèles d'étalonnage mis au point en utilisant des échantillons représentatifs de la population étudiée.

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

## 5 Appareillage

**5.1 Instrument infrarouge**, basé sur la mesure par réflexion diffuse ou par transmission dans le proche infrarouge (400 nm à 2 500 nm ou 25 000  $\text{cm}^{-1}$  à 4 000  $\text{cm}^{-1}$  ou 12 820  $\text{cm}^{-1}$  à 4 000  $\text{cm}^{-1}$ ), dans le moyen infrarouge (4 000  $\text{cm}^{-1}$  à 400  $\text{cm}^{-1}$ ), dans des parties de ces étendues de longueur d'onde ou à des longueurs d'onde individuelles. Le principe de fonctionnement optique peut être dispersif (par exemple monochromateurs à réseau), interférométrique ou basé sur un réseau de diodes. Il convient que l'instrument soit doté d'un système d'essai de diagnostic approprié pour soumettre à essai le bruit des appareils photométriques, ainsi que l'exactitude et la fidélité des longueurs d'onde (pour les spectrophotomètres à balayage). L'instrument doit pouvoir visualiser optiquement le flux de produit avec une interface appropriée. Il existe de nombreux dispositifs dans le commerce, qui font appel à une grande variété de technologies en fonction des applications spécifiques.

## 6 Considérations relatives à l'installation et à l'échantillonnage

### 6.1 Généralités

Toute installation doit couvrir à la fois l'intégrité de l'instrument infrarouge et l'interface avec le flux du procédé. Les aspects clés pour l'intégrité de l'instrument sont les suivants:

- protection contre les programmes de nettoyage;
- isolation des vibrations, de la poussière et autres contaminants environnementaux;
- programme de température approprié pour l'instrument concerné;
- de nombreuses régions respectent des protocoles stricts pour les matériaux en contact avec les produits alimentaires pour l'homme, notamment le Règlement (CE) n° 1935/2004<sup>[3]</sup> ou son équivalent américain 3A, et il s'agit d'un élément important à prendre en considération pour la construction des sondes ou des cellules.



Pour une utilisation correcte de la spectrométrie *in-line* et *on-line*, il est indispensable de disposer d'une interface d'échantillonnage fiable, stable et constante. Les aspects suivants sont importants:

- la possibilité d'échantillonner un flux représentatif du produit. Cela peut être vérifié par une expérimentation et par la compréhension de la dynamique des fluides du flux du procédé;
- la possibilité de réaliser un nettoyage régulier au même niveau que dans le reste de l'installation, pour une hygiène de bon niveau. Pour les flux de produits liquides, cela peut signifier que la sonde est nettoyée par des protocoles de nettoyage régulier en place. Pour les poudres, un jet d'air ou autre moyen similaire peut être nécessaire pour extraire l'échantillon avant chaque mesure. L'expérimentation est souvent requise pour déterminer le protocole de nettoyage le plus efficace pour un environnement donné;
- la stabilité dans le temps. L'interface ne doit pas être altérée par des changements dans l'installation ou le procédé, car ceux-ci peuvent influencer sur la qualité spectrale et donc sur les performances prédictives de l'instrument;
- tube, sens d'écoulement, position de la vanne d'échantillonnage et autres considérations techniques.

Un élément critique de tout système *in-line* ou *on-line* est la manière dont il prélève des échantillons dans le flux du procédé. Les aspects clés suivants doivent être pris en compte:

- la relation entre l'échantillon et les spectres;
- la sonde: interface optique, emplacement et type;
- l'échantillonnage, la manutention de l'échantillon et le moment de prélèvement de l'échantillon, en particulier jusqu'au moment où il est analysé par la méthode de référence;
- la combinaison et les plages de composition des composants majeurs et mineurs de l'échantillon: analytes (matières solides totales, matières grasses et protéines) et non-analytes (composants susceptibles de fausser les résultats);
- les effets saisonniers, géographiques et génétiques sur la composition du lait;
- les différentes conditions de traitement, la conception de la ligne de production et la vitesse du flux du procédé;
- la température, la pression et l'homogénéité;
- le flux turbulent/laminaire, le piégeage de l'air ou le moussage du flux du procédé.

Les mesures infrarouge et les analyses de référence doivent être réalisées sur le même échantillon pour essai, afin de réduire au minimum les effets relatifs à l'incertitude d'échantillonnage. Il est suggéré de réaliser l'échantillonnage en régime établi, afin qu'il y ait très peu de fluctuations dans la composition de l'échantillon dans la canalisation au moment de l'échantillonnage. Dans le cas de l'analyse *in-line*, cela signifie qu'un spectre doit être enregistré de préférence avec la possibilité d'une option de signalisation manuelle sur le boîtier de l'instrument, qui signale le moment où l'échantillon est prélevé manuellement. Cela permet d'enregistrer avec précision l'instant de prélèvement de l'échantillon et de l'associer au spectre correspondant.

Il est également important de bien appréhender les constantes de temps du procédé pour assurer l'alignement entre le prélèvement de l'échantillon de référence et la mesure spectroscopique correspondante. Il convient également de réaliser les mesures infrarouge et les analyses de référence avec un délai minimal (moins d'une journée de préférence), et il convient qu'ils reflètent la stabilité de la matrice. La manutention et le traitement des échantillons à partir du moment où ils sont prélevés jusqu'à leur analyse par la méthode de référence sont également des éléments importants: ils doivent être constants et préserver l'intégrité de l'échantillon. Par exemple, la poudre de lait peut être refroidie pendant une durée spécifique avant l'analyse de référence. Il est important que cette durée soit similaire pour tous les échantillons servant à constituer et à valider l'ensemble de référence, et aussi pour l'utilisation en routine.