

L'ANALYSE DU LAIT PAR MOYEN INFRA-ROUGE

1^{ère} partie :

de nouveaux outils pour une maîtrise de la qualité des résultats

Les dosages des composants du lait par spectrométrie moyen infra-rouge tendent à supplanter les méthodes classiques d'analyse. Mais la précision des résultats obtenus reste une préoccupation majeure et passe par une amélioration des étalonnages et réglages internes. La mise au point de gammes de laits recombinaés à taux variables répond précisément à cet objectif. Elles servent aussi bien à l'étalonnage local au sein du laboratoire, ou centralisé à partir d'un laboratoire pilote, qu'à l'intercomparaison des laboratoires au cours d'une chaîne d'analyse.

CECALAIT est maintenant en mesure de proposer régulièrement ces gammes artificielles. Leurs modalités d'utilisation et leurs apports seront développés dans la deuxième partie de cet article.

Une technique déjà ancienne... qui continue à se développer

Le dosage des principaux constituants du lait, à savoir les protéines, la matière grasse et le lactose, par spectrophotométrie MIR* date d'une vingtaine d'années. Depuis, il est devenu d'usage général dans les laboratoires interprofessionnels et de contrôle laitier, tant en France, que chez nos partenaires des pays développés.

Le besoin relativement récent d'analyses nombreuses et rapides a conduit les laboratoires d'entreprise à suivre, mais avec un certain décalage, la même évolution. Par conséquent, les dosages infra-rouge remplacent de plus en plus les analyses chimiques classiques pour les contrôles de matières premières et de fabrication, voire les transactions commerciales entre entreprises. Les avantages économiques de ce type de dosage ne doivent cependant pas occulter les exigences concernant la précision des résultats produits. Les laboratoires se doivent donc d'acquérir une bonne connaissance de la méthode infra-rouge, du matériel utilisé, des étalonnages, ainsi que des contrôles qualité à appliquer.

Dans cette première partie, nous décrirons brièvement les outils de base qui mènent à la maîtrise de la qualité des résultats obtenus par la méthode MIR*, notamment par une amélioration de l'étalonnage des appareils.

La deuxième partie de l'article, prévue pour un prochain numéro de la Lettre de CECALAIT, sera centrée sur l'intérêt des chaînes et des ETG* infra-rouge. Elle précisera la façon de les utiliser, les outils statistiques nécessaires au traitement des résultats et leur interprétation.

* :

BCR : Bureau Communautaire de Référence
CNIEL : Centre National Interprofessionnel de l'Economie Laitière
ETG : Echantillon à Teneur Garantie
FIL : Fédération Internationale de Laiterie
MIR : Moyen Infra-Rouge

Un encadrement et une harmonisation

Un appui technique

Dans les années 1980, pour harmoniser les pratiques, former et informer les personnels de laboratoire, les organismes nationaux responsables de la qualité analytique pour le paiement du lait (CNIEL*) et pour le contrôle laitier (Institut de l'Elevage) ont mis en place des systèmes de contrôle externe et d'appui complémentaire auprès des laboratoires concernés. (Les trois quarts de ces laboratoires pratiquent d'ailleurs la double activité des analyses pour le paiement du lait et pour le contrôle laitier).

Un référentiel écrit

En 1983, les instances interprofessionnelles et de contrôle laitier ont validé un premier guide pour l'utilisation des appareils infra-rouge. Ce guide édicte les contrôles minimaux à appliquer en routine sur les appareils infra-rouge. Il sera repris et adapté par la FIL* dans la norme provisoire 141, parue en 1988.

Entre 1983 et 1990, Olivier LERAY (Institut de l'Elevage à l'INRA de Poligny) a réalisé d'importants développements dans le domaine des étalonnages et des réglages internes dans le MIR*, en mettant au point une technique d'élaboration de gammes de laits recombinaés à taux variables.

A la suite de ces mises au point, deux notes techniques, parues en décembre 1988 et en 1989 sont venues compléter le guide de 1983. En 1990, le CNIEL* a regroupé l'ensemble de ces documents en un Manuel de Référence à l'usage des laboratoires interprofessionnels.

Sur le plan international, la FIL* a intégré la nouvelle technique d'étalonnage en tant que méthode alternative dans l'annexe B de la version révisée de sa norme : 141A parue en 1990.

Actuellement, la majorité des laboratoires interprofessionnels et de contrôle laitier français ont adopté et utilisent cette nouvelle technique, moins lourde, plus fiable et plus pratique.

Une avancée technique importante

Ces développements ont constitué une avancée déterminante pour la qualité des analyses et le travail des laboratoires. Ils sont en effet basés sur des principes originaux qui ont donné naissance à de nouveaux outils.

Principes nouveaux

* abandon des échantillons naturels pour des échantillons reconstitués à partir de composants naturels non dénaturés, mais simplement concentrés (par ultrafiltration tangentielle et écrémage naturel à partir d'un lait représentatif).

* reconstitution selon un plan d'agencement orthogonal des taux des différents composants de manière à éliminer l'effet des corrélations naturelles entre composants au sein d'une même gamme d'étalonnage.

Outils nouveaux

Ces gammes de laits reconstitués peuvent être utilisés de multiple façon, qui constituent autant d'outils nouveaux. Ainsi, elles peuvent servir :

- à l'étalonnage local, y compris le contrôle et l'ajustement des intercorrections avec élaboration de gammes par le laboratoire,

- à l'étalonnage centralisé à partir d'un laboratoire pilote qui diffuse des gammes d'étalonnage périodiquement,

- aux chaînes d'analyses d'intercomparaison MIR*.

Entre 1986 et 1988, l'application aux étalonnages locaux a été testée en banc d'essai et dans les conditions de la pratique de laboratoire, avec le concours du CNIEL* et de l'Institut de l'Elevage.

Les deux dernières utilisations des gammes artificielles ont, elles, été testées :

- au niveau national en 1987-1988, sur 43 laboratoires de paiement du lait et de contrôle laitier (essais Institut de l'Elevage, INRA de Poligny),

- au niveau européen, en 1991-1992, sur 15 laboratoires laitiers de compétence reconnue, originaires de 15 pays différents, dans le cadre d'une étude financée par le BCR et menée par l'INRA de Poligny.

Elles font maintenant partie des services proposés par CECALAIT.

Chaînes d'analyse et étalonnage centralisé : un même outil utilisé de deux manières différentes

Principe

Un laboratoire organisateur prépare et adresse à un groupe de laboratoires la même série de laits reconstitués, en nombres et teneurs bien définies.

Cas de la chaîne d'analyse

Les échantillons ne portent pas d'indication de valeur. Ils doivent être analysés sur les appareils. Les résultats sont ensuite restitués au laboratoire organisateur, qui effectue un traitement de ces données et retourne les résultats du traitement à chaque laboratoire participant. Grâce à une notice d'aide à l'interprétation des résultats, chaque laboratoire évalue le degré de conformité de son ou de ses appareils.

Cas de l'étalonnage centralisé

Les échantillons sont alors utilisés comme des échantillons à teneur garantie et sont accompagnés de taux de référence. Le laboratoire s'en sert pour contrôler ou ajuster par lui-même ses réglages internes : linéarité, intercorrections... Il peut également réaliser un ajustement approché de son étalonnage.

Toutefois, la méthode MIR comporte toujours des biais de justesse liés à la composition du lait. Il s'ensuit que l'étalonnage doit toujours être parachevé à l'aide des résultats obtenus par les méthodes de référence appliquées à un échantillon moyen, représentatif de la zone de collecte du laboratoire.

Ces résultats de référence peuvent alors être :

* soit, obtenus localement, avec les moyens analytiques propres au laboratoire,

* soit, fournis par un laboratoire pilote auquel on aura adressé l'échantillon représentatif.

Cette seconde méthode permet d'arriver plus facilement à une harmonisation grâce à une centralisation totale de l'étalonnage, mais nécessite toutefois une bonne organisation. La première solution conserve, quant à elle, le risque d'erreur de justesse sur la méthode de référence.

Dans un cadre d'assurance qualité, il n'y a que le laboratoire pilote qui soit tenu de participer aux chaînes d'analyse d'intercomparaison sur les méthodes de référence. En revanche, dans un système d'ajustement local, chaque laboratoire doit être intégré dans une chaîne d'analyse.

Le traitement des résultats, avec les outils statistiques qu'il exige, ainsi que leur interprétation sera présenté en détail dans un prochain numéro de La Lettre de CECALAIT.