

EVALUATION DES REACTIFS SIGMA®

Cette étude avait pour objet l'évaluation de l'adéquation de certains réactifs fabriqués par la société SIGMA et distribués par la société HUMEAU pour la réalisation d'essais sur lait et fromage. Les couples essais-réactifs évalués ont été les suivants :

- Acide sulfurique 90% (réf. 84722) et alcool amylique (réf. 59090), pour la détermination de la matière grasse du lait selon la méthode acido-butyrométrique NF V 04-210⁽¹⁾ (Gerber) ;
- Acide acétique (réf. 33209) et acide perchlorique 60% (réf. 311413), pour la détermination de la matière grasse du fromage selon la méthode acido-butyrométrique NF V 04-287⁽²⁾ (partie 2 Heiss) ;
- Ammoniacque 25% (réf. 30501), éthanol 96%(réf. 32294), diéthyle oxyde (réf. 31671) et éther de pétrole 40-60 (réf. 32299), pour la détermination de la matière grasse du lait selon la méthode par extraction NF EN ISO 1211⁽³⁾ (Röse-Gottlieb).

Les essais ont été réalisés de juillet à octobre 2012 au laboratoire de physico-chimie de Actilait-Cecalait® à Poligny (39). Les réactifs utilisés par Actilait lors de l'étude sont listés à la fin de cet article.

1. Mode opératoire

Différents types d'essais ont été réalisés selon les méthodes testées :

- *Méthode acido-butyrométrique NF V 04-210 (Gerber) :*
 - Essai, en double, sur 4 échantillons de référence (ETG GERBER) sur 2 mois consécutifs (juillet et août 2012) ;
 - Essai comparatif, en double, sur 10 échantillons de lait cru de mélange par rapport aux réactifs utilisés par Actilait.
- *Méthode acido-butyrométrique NF V 04-287 (partie 2 Heiss) :*
 - Essais comparatifs, en double, sur 10 échantillons de fromages (voir liste en fin d'article) par rapport aux réactifs utilisés par Actilait.
- *Méthode par extraction NF ISO 1211 (Röse Gottlieb) :*
 - Essai, en double, sur 8 échantillons de référence (ETG EXTRACTION de août et septembre 2012) ;
 - Essai comparatif, en double, sur 10 échantillons de lait cru de mélange par rapport aux réactifs utilisés par Actilait.

2. Résultats

2.1. Echantillons de référence

Les tableaux suivants présentent les résultats obtenus sur les échantillons de référence. Les résultats observés correspondent à :

➤ pour la méthode acido-butyrométrique NF V 04-210 (Gerber), la moyenne de 8 répétitions effectuées. La valeur de référence correspond à la valeur attribuée à l'ETG, à partir des résultats des laboratoires experts.

ETG 07 LGER	RESULTAT OBSERVE (g/l)	VALEUR DE REFERENCE (g/l)	ETG 08 LGER	RESULTAT OBSERVE (g/l)	VALEUR DE REFERENCE (g/l)
X	36.813	36.84	X	37.850	37.78
Sx	0.083		Sx	0.053	
d	-0.03		d	0.07	

Tableau 1 : Résultats des essais « Gerber » réalisés sur deux ETG consécutifs

X : moyenne arithmétique des résultats, *Sx* : écart-type des résultats, *d* : écart moyen entre résultats observés et valeur de référence.

On peut remarquer que les écarts moyens obtenus par rapport aux valeurs de référence sont faibles sur les deux séries testées.

➤ pour la méthode par extraction NF ISO 1211 (Röse-Gottlieb), la moyenne de 6 (ETG 08) et 8 (ETG 09) répétitions effectuées. La valeur de référence correspond à la valeur attribuée à l'ETG, à partir des résultats de laboratoires experts.

ETG 08 LEXT	RESULTAT OBSERVE (g/kg)	VALEUR DE REFERENCE (g/kg)	ETG 09 LEXT	RESULTAT OBSERVE (g/kg)	VALEUR DE REFERENCE (g/kg)
X	34.815	34.96	X	33.884	33.80
Sx	0.120		Sx	0.069	
d	-0.14		d	0.08	
CD 95	0.28				

Tableau 2 : Résultats des essais « extraction » réalisés sur deux ETG consécutifs

X : moyenne arithmétique des résultats, Sx : écart-type des résultats, d : écart moyen entre résultats observés et valeur de référence, CD 95 : différence critique selon ISO 5725-6

Les écarts moyens observés sont faibles et inférieurs à la limite maximale d'acceptabilité équivalent à la différence critique calculée (CD 95).

2.2. Echantillons de lait et fromage

Les tableaux suivants présentent les résultats obtenus sur les échantillons de lait et fromage. Les résultats observés correspondent pour les trois méthodes à la moyenne de 2 répétitions effectuées en condition de répétabilité (écarts entre doubles inférieurs à 0,25 g/l).

➤ Méthode acido-butyrométrique « Gerber » sur échantillons de lait

ID	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	X	Sx	d	Sd
RESULTAT OBSERVE (g/l)	38.60	36.30	36.95	37.00	37.10	36.95	39.45	40.10	37.00	39.20	37.865	1.335	0.06	0.09
RESULTAT ACTILAIT (g/l)	38.50	36.20	36.90	37.00	37.00	36.95	39.20	40.10	37.10	39.10	37.805	1.304		

Tableau 3 : Résultats des essais « Gerber » réalisés sur des échantillons de lait de mélange

X et Sx : moyenne arithmétique et écart-type des résultats, d : écart moyen entre résultats observés et résultats Actilait

On peut constater que l'écart moyen entre les deux séries analytiques est faible et non significatif statistiquement.

La comparaison avec un critère « différence critique CD 95 » comme limite maximale d'acceptabilité, calculé selon la norme ISO 5725-6 à partir des valeurs normatives ($r = 0,5$ g/l et $R = 1,0$ g/l) n'a pas été utilisée pour ce critère du fait qu'elle ne semblait pas appropriée au regard des performances réelles de la méthode et de son utilisation.

➤ Méthode par extraction « Röse-Gottlieb » sur échantillons de lait

ID	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	X	Sx	d	CD 95
RESULTAT OBSERVE (g/kg)	37.50	38.51	40.03	34.38	36.86	40.86	39.59	41.63	39.88	36.53	38.577	2.243	0.06	0.14
RESULTAT ACTILAIT (g/kg)	37.46	38.30	40.09	34.07	36.96	40.77	39.53	41.54	39.95	36.50	38.517	2.290		

Tableau 4 : Résultats des essais « extraction » réalisés sur des échantillons de lait

X et Sx : moyenne arithmétique et écart-type des résultats, d : écart moyen entre résultats observés et résultats Actilait, CD 95 : différence critique selon ISO 5725-6

L'écart moyen entre les deux séries est faible et inférieur à la limite maximale d'acceptabilité équivalent à la différence critique.

➤ **Méthode acido-butyrométrique « Heiss » sur échantillons de fromage**

ID	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	X	Sx	d	CD 95
RESULTAT OBSERVE (g/100 g)	6.5	8.50	2.88	25.00	12.50	33.00	25.88	36.00	28.50	27.50	20.626	11.893	-0.03	0.09
RESULTAT ACTILAIT (g/100 g)	6.50	8.38	3.00	25.00	12.50	33.00	26.00	36.00	28.50	27.63	20.651	11.901		

Tableau 5 : Résultats des essais « Heiss » réalisés sur des échantillons de fromage

X et Sx : moyenne arithmétique et écart-type des résultats, *d* : écart moyen entre résultats observés et résultats Actilait, *CD 95* : différence critique selon ISO 5725-6

L'écart moyen entre les deux séries est faible (non significatif statistiquement) et inférieur à la différence critique calculée à partir des performances de la méthode normalisée.

3. Conclusion

Tous les réactifs testés à savoir acide sulfurique 90% (réf. 84722) et alcool amylique (réf. 59090) ; acide acétique (réf. 33209) et acide perchlorique 60% (réf. 311413) ; ammoniacque 25% (réf. 30501), éthanol 96%(réf. 32294), diéthyle oxyde (réf. 31671) et éther de pétrole 40-60(réf. 32299), permettent d'obtenir des résultats équivalents à ceux obtenus à l'aide d'autres réactifs présents sur le marché.

Bibliographie :

- (1) Norme AFNOR NF V 04-210 : 2000 « Lait- Détermination de la teneur en matière grasse - Méthode acido-butyrométrique ».
- (2) Norme AFNOR NF V 04-287 : 2002 « Fromages - Détermination de la teneur en matière grasse - Méthode acido-butyrométrique ».
- (3) Norme NF EN ISO 1211 : 2010 « Lait - Détermination de la teneur en matière grasse - Méthode gravimétrique ».

Liste des réactifs utilisés par Actilait lors de l'étude :

- Acide sulfurique 90% - Panréac® réf. 121010
- Alcool amylique - Panréac® réf. 125715
- Acide acétique - Panréac® réf. 131008
- Acide perchlorique 60% - Panréac® réf. 131054
- Ammoniacque 25% - Merck® réf. 1133.1000
- Ethanol 96% - Prolabo® réf. 20824
- Diéthyle oxyde - Prolabo® réf. 23806
- Ether de pétrole 40-60 - Prolabo® réf. 23835.

Liste des fromages analysés :

- Fromage frais faisselle - Fromages blancs (x2) - Camembert
- Camembert allégé -Fromages à pâte molle et carré - Comté
- Cantal
- Emmental.

D'après le rapport d'évaluation sur les réactifs Sigma® – X. QUERVEL et Ph. TROSSAT – Octobre 2012