



CENTRE D'ETUDES ET DE CONTROLE
DES ANALYSES EN INDUSTRIE LAITIERE

Avril 1997

N°22

LA LETTRE DE CECALAIT

CECALAIT INRA SRTAL BP 89 39801 Poligny TEL : 03.84.73.63.20 TELECOPIE : 03.84.37.37.81
E-mail : bap@poligny.inra.fr ou trossat@poligny.inra.fr

Rédaction achevée le 6 mai 1997

Equipe rédactionnelle : H. HASNI-PICHARD; O. LERAY; P. ROLLIER; Ph. TROSSAT

Relecture par : les auteurs des articles

SOMMAIRE

Dosage de la matière grasse du lait par MIR : Synthèse sur l'usage comparé du filtre A et du filtre B

Rendez-vous

Les nouvelles...

Evaluation : Le Fossomatic 5000

Le coin des occasions

Nouveautés dans la réglementation

Normes et projets de normes parus récemment

Du côté de la biblio...

DOSAGE DE LA MATIERE GRASSE DU LAIT PAR MIR :

Synthèse sur l'usage comparé du filtre A et du filtre B

Les dosages des composants du lait (MG et protéines) par spectrométrie en moyen infra-rouge sont agréés officiellement pour le paiement des laits, moyennant une utilisation conforme des appareillages. Dans un même laboratoire, l'élargissement des zones de collecte entraîne une variabilité plus importante de la composition de la matière grasse des laits analysés et impose une multiplication des étalonnages matière grasse avec le filtre A alourdissant la gestion des réglages. Disposer d'une méthode de dosage moins sensible à ce type de variation peut apparaître de plus en plus souhaitable. La précision du dosage de la matière grasse selon les filtres A ou B des appareils infrarouge évalué sur un grand nombre d'essais a démontré que l'utilisation du filtre B apporte un gain de précision de l'ordre de 40%, en raison d'une moindre sensibilité aux facteurs de variation de la composition des laits. Le filtre B se présente donc comme une bonne alternative pour les laboratoires laitiers.

La spectrométrie moyen infra-rouge est utilisée depuis le début des années soixante-dix par les laboratoires interprofessionnels laitiers pour les dosages de matière grasse et de protéines en vue du paiement des laits de producteurs selon leur composition.

La détermination des taux de matière grasse (taux butyreux ou TB) est réalisable au niveau de bandes spectrales autour de 5,73 μm et 3,48 μm , pouvant être sélectionnées respectivement par le filtre A et le filtre B des instruments de la gamme Foss Electric. Ces termes de filtres (ou types) A et B ont été étendus à tous appareils d'analyse infra-rouge et caractérisent le mode de dosage de la matière grasse.

Ces modes de dosage ont été agréés officiellement pour le paiement du lait par le Ministère de l'Agriculture sous condition d'une utilisation des appareils conforme aux directives et recommandations émises par la Commission Scientifique et Technique.

Ces instructions ont été diffusées au fur et à mesure de leur évolution dans les documents successifs émis par la CST (IRMA, Milkoscan 300, Norme d'utilisation des appareils infra-rouge de 1983, Manuel Infra-rouge du CNIEL). Elles correspondaient au contexte analytique interprofessionnel du moment caractérisé par des zones de collecte relativement homogènes car géographiquement limitées.

Ces conditions ont notablement évolué ces dernières années avec les regroupements de laboratoires, l'élargissement et l'interpénétration de zones de collecte ainsi qu'avec le développement des échanges commerciaux entre régions parfois éloignées. Les différents entre laboratoires et entreprises se faisant plus fréquents, la prise en compte de la diversité des provenances des laits dans l'étalonnage des appareils d'analyse apparaît maintenant incontournable.

En pratique, l'utilisation de méthodes sensibles aux effets de composition nécessite de multiplier le nombre des étalonnages, entraînant, outre un surcoût analytique sensible, des risques d'erreurs accrus en raison d'une gestion des réglages plus complexe.

Aussi, le choix d'une méthode de dosage peu sensible aux différences de composition apparaît-elle comme la solution optimale au problème posé.

● PARTICULARITES ANALYTIQUES DES MODES DE DOSAGE.

Les deux modes de dosage de la matière grasse (A ou B) sont inégalement précis et sensibles aux modifications de la composition fine de la matière grasse et de celle du lait en raison de sites d'absorption différents au sein des molécules constitutives de la matière grasse.

- FILTRE A (5,73 μm) :

Sensibilité à la composition de la matière grasse :

L'absorption a lieu au niveau des liaisons esters des triglycérides (groupements carbonyles C=O). Aussi chaque molécule, quelle que soit sa taille (poids moléculaire élevé ou faible) absorbe-t-elle la même quantité d'énergie.

Ainsi, pour une même concentration de matière grasse, des molécules de faibles dimensions (acides gras courts) plus nombreuses que des molécules de poids moléculaires élevés, génèrent des résultats infra-rouge supérieurs. C'est généralement le cas des laits d'hiver par rapport aux laits d'été. En effet, la composition en acides gras est liée à l'influence de nombreux facteurs biologiques dont, principalement, celle de l'alimentation des animaux.

Sensibilité à la composition du lait :

Le dosage est spécifique de la matière grasse et peut être utilisé sans intercorrection (simplicité).

Sensibilité à l'état de la matière grasse :

Compte tenu de l'importance de la longueur d'onde par rapport à la taille des globules gras en sortie d'homogénéisateur, une usure de l'homogénéisateur est mieux tolérée qu'en filtre B.

Sensibilité à l'altération :

Le dosage est affecté par la lipolyse à l'origine de la disparition de liaisons esters.

- FILTRE B (3,48 μm) :

Sensibilité à la composition de la matière grasse :

L'absorption infra-rouge a lieu au niveau des liaisons C-H (carbone-hydrogène) réparties principalement sur les chaînes aliphatiques des acides gras constitutifs des triglycérides. Le nombre de liaisons C-H est donc directement lié à la taille des triglycérides et la mesure est à même de refléter plus fidèlement

les teneurs réelles mesurées par la méthode de référence. Toutefois, l'absorption infra-rouge à 3,48 μm est influencée, significativement, par la présence de doubles liaisons situées sur les acides gras longs. Une influence saisonnière peut, donc, en résulter.

Sensibilité à la composition du lait:

Des liaisons C-H sont également présentes dans les autres composants du lait. Le dosage est donc moins spécifique et requiert des intercorrections importantes à partir des protéines et du lactose. De ce fait, la méthode nécessite une maîtrise plus poussée des étalonnages (étalonnages multicanaux).

Sensibilité à l'état de la matière grasse:

La bande de longueurs d'ondes est proche de la taille moyenne des globules gras après homogénéisation. La méthode est donc plus fortement affectée par une défaillance de l'homogénéisateur.

La température d'échantillon a un effet plus marqué sur l'absorption infra-rouge aux faibles longueurs d'onde et joue un rôle important dans l'efficacité de l'homogénéisation. Une bonne thermorégulation des bains-marie et des appareils est de rigueur.

De même, la préparation des échantillons (agitation) destinée à désagréger les amas de globules gras avant l'analyse est également un point important à maîtriser.

Sensibilité à l'altération:

La lipolyse affecte de façon limitée les résultats, les acides gras libérés absorbant également le rayonnement infra-rouge. En revanche, l'altération des autres composants (protéines et lactose) a un effet indirect non négligeable sur les résultats par le biais des intercorrections. Le barattage, qui occasionne la disparition d'une partie de matière grasse en suspension, a un effet dépressif sur les taux butyreux comparable à ce qui est observé avec le filtre A.

❷ COMPARAISON ENTRE FILTRE A - FILTRE B : RESULTATS EXPERIMENTAUX.

D'une manière générale, les expérimentations effectuées depuis 1981 par la Station INRA de Poligny, puis par CECALAIT, conduisent à conclure à un gain de précision moyen avec le filtre B de l'ordre de 30 à 40 % par rapport au filtre A :

R. GRAPPIN fait état en 1981, d'une réduction de précision d'estimation, mesurée à partir de 102 laits de troupeaux, de $\pm 1,6$ à $\pm 1,0$ g/kg, lors des essais d'agrément du Milkoscan 203B.

M. BROCHET (1982), dans une étude interspèce vache/chèvre/brebis, observe une réduction de l'amplitude moyenne entre espèces de 0,66 g/kg en filtre A à 0,44 g/kg en filtre B, avec un Milkoscan 104 A/B. Dans cette même étude, l'amplitude entre différentes régions de production de lait de brebis est réduite de 1,83 g/kg à 1,50 g/kg, tandis que l'amplitude de variation saisonnière passe de 3,7 g/kg à 0,7 g/kg.

O. LERAY et R. JEUNET, en août 1982, sur 398 laits individuels de vache de 14 élevages du Jura, constate une réduction d'écart

type résiduel de régression de 0,71 g/kg à 0,39 g/kg avec un Milkoscan 104 A/B. L'effet « mois de lactation » se trouve réduit, avec une amplitude passant de 1,2 g/kg en filtre A à 0,24 g/kg avec le filtre B. L'effet « élevage » se trouve également fortement diminué, avec une amplitude d'écart moyen entre élevages passant de 1,02 g/kg à 0,49 g/kg.

O. LERAY (1989), dans trois études sur des influences saison et région (79 à 116 laits de troupeaux, 6 à 8 zones), observe des réductions d'amplitudes entre régions de 1,02 à 0,63 g/kg en novembre 1981, de 0,42 à 0,17 g/kg en février 1984 et de 0,85 à 0,31 g/kg en juin 1985. Les écarts types résiduels liés aux régressions passent de 0,77 à 0,47 g/kg en novembre 1981, de 0,43 à 0,27 g/kg en février 1984 et de 0,44 à 0,30 g/kg en juin 1985.

O. LERAY, à partir des laits de contrôle des laboratoires de contrôle laitier français de l'année 1988, constate, tous laboratoires et périodes confondus, une diminution de l'écart type résiduel de la régression annuelle de 0,69 à 0,54 g/kg en utilisant le filtre B avec un Milkoscan 104 A/B.

R. GRAPPIN et D. LEFIER observent en 1992, à partir de laits de troupeaux de différents pays européens, une réduction d'amplitude entre pays de 1,04 à 0,71 g/kg.

Ph. TROSSAT et O. LERAY enregistrent en 1995, lors des essais d'agrément du Milkoscan 4000, une réduction d'écart type résiduel de régression de 0,95 à 0,47 g/kg à partir de 150 laits individuels de vache issus de 8 élevages, et de 0,38 à 0,28 g/kg à partir de 64 laits de troupeaux. L'amplitude des écarts entre élevages est réduite de 1,37 g/kg à 0,68 g/kg avec le filtre B.

❸ CONCLUSIONS

La moindre sensibilité du dosage de type B aux facteurs de variation de la composition de la matière grasse (alimentation, saison, stade de lactation, région de production), prévue par la théorie, est vérifiée par toutes les expérimentations menées à ce jour. L'analyse en filtre B offre une précision d'estimation significativement supérieure à l'analyse en filtre A. Elle permet d'escompter une meilleure stabilité des étalonnages par une réduction sensible des effets de zones et de saisons, à défaut de leur complète disparition.

Cette moindre sensibilité aux phénomènes biologiques s'accompagne en revanche, d'une plus grande sensibilité à la qualité instrumentale de l'analyse, comparée au filtre A (homogénéisation, température, échantillons, intercorrections). L'utilisateur doit donc en tenir le plus grand compte dans sa routine de travail. Toutefois, les progrès notables réalisés par les constructeurs en matière de conception des matériels et de « convivialité » d'utilisation ont rendu la maîtrise de l'analyse de type B plus aisée que par le passé.

En raison de la diversité croissante de l'origine des laits, la généralisation du filtre B s'impose désormais comme une réponse tout-à-fait satisfaisante aux problèmes posés par une multiplication des étalonnages indispensable avec le filtre A.

Références :

- M. BROCHET, (1982). Etude des laits de brebis - Méthode de dosage des principaux constituants et composition des protéines. Thèse de 3^e cycle. N°1190. Université Claude Bernard, Lyon I.

- R. GRAPPIN, (1981). Dosage de la matière grasse du lait par spectrophotométrie infra-rouge dans la bande de longueur d'onde de 3,4-3,5 microns. Appareils type B. Rapport INRA pour la Commission Scientifique et Technique, Novembre 1981.

R. GRAPPIN, D. LEFIER, S. POCHE, (1994). Programme infra-rouge du BCR. Contrat N°5554/1/5/374/91/11-BCR.F(10). Rapport INRA de Poligny, Juillet 1994.

O. LERAY, R. JEUNET, (1982). Essai sur la précision de la méthode infra-rouge sur différents élevages. ITEB-INRA de Poligny. Résultats non publiés.

O. LERAY, (1988). Evaluation de la précision d'estimation annuelle globale des laboratoires de contrôle laitier français en moyen infra-rouge. ITEB-INRA de Poligny. Résultats non publiés.

O. LERAY, (1989). Influence de l'origine géographique du lait sur la précision des dosages de matière grasse et de protéines par spectroscopie dans le moyen infra-rouge. Le Lait (1989) 69,547-560.

P. TROSSAT, O. LERAY, (1996). Rapport d'évaluation du Milkoscan 4000. Rapport CECALAIT, Janvier 1996.

(par O. Leray)

RENDEZ-VOUS

6 MAI 1997 : SYMPOSIUM SUR LA TEXTURE DES LAITS FERMENTES A VICENZA (ITALIE)

27 AOUT - 1 SEPTEMBRE 1997 : 81E ASSISES ANNUELLES DE LA FIL A REYKAVIK (ISLANDE)

18-19 SEPTEMBRE 1997 : INTERNATIONAL SYMPOSIUM ON ICE CREAM A ATHENES (GRECE)

27-29 OCTOBRE 1997 : INTERNATIONAL WHEY CONFERENCE A CHICAGO (USA)

Pour tout renseignement, prendre contact avec les organismes suivants :

FIL
C. Brooks
41, square Vergote
B 1040 BRUXELLES
BELGIQUE
TEL : +32.2.733.98.88
FAX : +32.2.733.04.13
E-mail : fil-idf@mail.interpac.be

ALF
ou
34, rue de Saint Petersburg
75382 PARIS CEDEX
TEL : 01.49.70.71.11
FAX : 01.42.80.63.45

LES NOUVELLES...

On signale que la Société FOSS ELECTRIC projette d'intégrer le groupe Perstorp Analytical; avec les parties production et commercialisation, Tecator en suède et NIRSystems au USA,

ainsi que les sociétés commerciales dans 6 autres pays. La société ANADIS n'est pas mentionnée dans la transaction, néanmoins, elle cessera son activité d'ici quelques mois....

EVALUATION : LE FOSSOMATIC 5000

Le Fossomatic 5000 est un appareil automatique de dénombrement des cellules somatiques dans le lait fabriqué par la société FOSS ELECTRIC utilisant la méthode fluoro-opto-électronique. Ses caractéristiques instrumentales et analytiques ont été évaluées par CECALAIT.

Les caractéristiques instrumentales de base sont correctes : stabilité, traçage et contamination. La linéarité de l'appareil est bonne jusqu'à 2200×10^3 cellules/ml. Les valeurs de répétabilité et de justesse sont conformes aux exigences réglementaires. Cet appareil a reçu l'agrément officiel du ministère de l'agriculture pour le paiement du lait après une phase de confirmation en condition de routine dans deux laboratoires interprofessionnels.

Le Fossomatic 5000 est un appareil automatique de dénombrement des cellules somatiques dans le lait fabriqué par la société Foss Electric utilisant la méthode opto-fluoro-électronique. Il a été évalué par CECALAIT au laboratoire de physico-chimie pendant le mois de décembre 1995, à Poligny. Des analyses comparatives avec le Fossomatic 400 ont été réalisées au Laboratoire Départemental du Jura (LDA 39).

DESCRIPTION

Il fonctionne selon le schéma suivant : l'échantillon prélevé automatiquement est dilué dans un mélange réactif, solution tamponnée de triton X100 de manière à en disperser les globules gras et de bromure d'éthidium pour colorer les noyaux des cellules somatiques. Une partie aliquote de la suspension cellulaire colorée est injectée dans un fluide vecteur en écoulement laminaire dans un capillaire. Les cellules séparées par le flux sont exposées au faisceau d'une lampe halogène au niveau d'un objectif microscopique. Les impulsions lumineuses émises par la fluorescence des cellules ayant fixées le colorant sont amplifiées au niveau du photomultiplicateur. Le calcul de la numération cellulaire se fait selon la méthode dite « à seuil variable » : pour chaque échantillon, le système calcule une valeur seuil (en terme de hauteur d'impulsion) à partir de laquelle toute impulsion est prise en compte comme provenant d'une cellule somatique.

L'appareil est asservi à un micro-ordinateur qui assure le pilotage complet de l'instrument et le traitement du signal.

LES ESSAIS

Ils ont porté sur les points suivants :

- ♦ évaluation de la stabilité de l'appareil,
- ♦ évaluation de la contamination entre échantillons,
- ♦ évaluation de la linéarité,
- ♦ évaluation de la répétabilité,
- ♦ évaluation de la justesse.

Il n'existe pas encore de norme française (actuellement à l'état de projet), ni de directives officielles (J.O.) pour le paiement du lait et le contrôle laitier en matière de comptage cellulaire, référence sera donc faite aux normes FIL 148A:1995 et FIL 128:1985.

❶ EVALUATION DE LA STABILITE DE L'APPAREIL

Elle a été réalisée par analyse en mode automatique de 2 laits en double, toutes les 20mn, au cours d'une demi-journée de travail dans les conditions réelles d'un laboratoire interprofessionnel; ceci représentant 12 cycles de mesure.

Afin d'évaluer la stabilité de l'instrument, un calcul de la répétabilité et de la reproductibilité a été effectué selon le procédé utilisé classiquement lors des essais interlaboratoires (Fil 135B).

Les résultats montrent une bonne stabilité de l'instrument sur la période testée, puisque l'écart-type de reproductibilité relatif (SR%) est de l'ordre de 3%, nettement inférieur à 5 %, valeur maximale acceptée dans la norme FIL 148A:1995 comme coefficient de variation des dénombrements du même lait témoin au cours d'une journée.

❷ EVALUATION DE LA CONTAMINATION ENTRE ECHANTILLONS

Ce paramètre a été évalué en mode d'analyse automatique, par le passage d'un même lait individuel et d'eau distillée, selon la séquence « lait - lait - eau - eau », répétée 10 fois. Ce test a été effectué sur 3 laits de niveaux cellulaires différents, avec des réglages appareil réalisés par la société Foss Electric et un coefficient de traçage fixé à 0. Le taux de contamination a été estimé par la formule :

$$Tc = [(S(eau1) - S(eau2)) / (S(lait2) - S(eau2))] \times 100$$

Le système Fossomatic 5000 laisse apparaître des contaminations entre échantillons de l'ordre de 0,2% à 0,3%, quelque soit le niveau moyen des échantillons. Ce taux satisfait pleinement à la limite de 1% fixée aux méthodes rapides pour le détermination de la richesse du lait (TB et TP) utilisée dans le cadre du paiement du lait et du contrôle laitier et applicable également au comptage cellulaire dans ce même contexte.

❸ INFLUENCE DU CONSERVATEUR ET DU REFROIDISSEMENT

5 modes de conservation ont été comparés sur 24 laits individuels de vache provenant d'un élevage du Jura :

- Lait sans colorant stocké 24H à 4°C
- Lait + bronopol liquide (0.02%) stocké 24H à 4°C
- Lait + bronopol liquide (0.02%) stocké 24H à 20°C
- Lait + dichromate de potassium (0.1%) stocké 24H à 4°C
- Lait + dichromate de potassium (0.1%) stocké 24H à 20°C.

Les échantillons ont été préparés conformément aux dispositions ci-dessus dès le retour au laboratoire (1-2 heures après la traite) et conservés 24H avant d'être analysés.

Aucune différence significative n'est observée entre les laits sans conservateur et ceux additionnés de bronopol.

Une différence significative apparaît entre lait conservé avec du bronopol et celui conservé avec du dichromate de potassium, indépendamment de la température de stockage. Cet effet semble

proportionnel aux taux cellulaires mais reste faible, ne dépassant pas 3% avec les laits additionnés de dichromate.

Dans le cadre de cet essai, la température de stockage pendant 24H n'a pas d'influence significative sur la numération des cellules somatiques.

④ EVALUATION DE LA LINEARITE

Une gamme de 21 laits a été réalisée par dilution Poids/Volume à partir d'un concentré cellulaire à 2200×10^3 cellules/ml et d'un filtrat exempt de cellules obtenu par microfiltration. Cette gamme de lait (0 à 2200×10^3 cellules/ml) a été analysée en mode automatique dans l'ordre croissant et décroissant des teneurs (mode répétabilité : 3 répétitions/échantillons).

Les résultats de la régression entre 0 et 2200×10^3 cellules/ml donne un écart type résiduel avoisinant 11000 cellules somatiques/ml, avec une distribution aléatoire régulière des écarts autour de la droite de régression, sans courbure apparente, ni rupture significative d'alignement.

La linéarité apparaît satisfaisante sur l'ensemble de la plage testée de 0 et 2200×10^3 cellules/ml.

⑤ EVALUATION DE LA REPETABILITE

La répétabilité a été testée en mode d'analyse automatique (précision standard) à partir de 130 laits individuels de vache, conservés avec du bronopol à 0,02%, provenant de 8 élevages et de teneurs réparties entre 0 et 3000×10^3 cellules/ml. Chaque élevage a été analysé en double selon la séquence spécifiée par la norme FIL 128 :

Ele1Rép1 / Ele1Rép2 / Ele2Rép1 / Ele8Rép1 / Ele8Rép2

A titre de comparaison, les valeurs de répétabilité ont été mesurées sur le Fossomatic 400 (Appareil LDA 39) selon des conditions opératoires identiques et sur la même population. Le tableau 1 regroupe l'ensemble des résultats obtenus.

Le Fossomatic 5000 montre une répétabilité conforme aux indications de la norme FIL 148A, avec un écart type de répétabilité relatif moyen inférieur aux 5% recommandés.

Le Fossomatic 5000 et le Fossomatic 400 présentent des valeurs de répétabilité équivalente.

Etendue (*10 ³)	FOSSOMATIC 5000					FOSSOMATIC 400				
	n	Moyenne	Sr	Sr %	r	n	Moyenne	Sr	Sr %	r
0 - 100	67	47	4.4	9.33	12.2	60	48	4.2	8.76	11.7
100 - 300	29	181	8.8	4.81	24.3	36	174	8.32	4.79	23.0
300 - 800	27	518	10.8	2.1	29.9	27	537	9.4	1.75	26
800 - 1500	4	1119	25.1	2.24	69.5	4	1050	19.5	1.85	54.1
1500 - 3000	3	1821	26.8	1.48	74.2	3	1866	8.8	0.48	24.5
0 - 3000	130	249	9.4	3.76	25.9	130	259	7.9	3.04	21.8

TABLEAU 1 : Répétabilité sur l'ensemble des laits collectés

avec \bar{n} : nombre d'échantillons
Sr % : Sr en pourcentage

Sr : écart-type de répétabilité
r : estimation de la répétabilité

⑥ EVALUATION DE LA JUSTESSE

La procédure d'évaluation est la suivante : 100 laits individuels de vache prélevés dans 8 élevages du Jura ont été analysés en double sur le Fossomatic 5000, préalablement calibré entre 0 et 800000 à l'aide de 5 échantillons commerciaux produits par CECALAIT. Ils ont ensuite été analysés en simple par la méthode de référence (FIL 148A). En cas de résidus trop important après régression, un deuxième comptage a été effectué.

L'adéquation de l'étalonnage effectué est mesurée par les paramètres de régression linéaire moyenne des écarts, pente, écart type des écarts. La droite de régression linéaire calculée selon les moindres carrés (FIL 128) entre 0 et 3000×10^3 cellules

somatiques/ml indique un bon ajustement de l'étalonnage. L'équation est la suivante :

$$REF = 0.998 * (\text{Fossomatic}) + 7.9$$

$$Sx,y = 22257 \text{ et } d = -7200$$

La justesse est estimée par les moyennes et l'écart type des écarts (appareil-référence) pour chaque tranche de taux cellulaires. Les paramètres de justesse sont définis dans le tableau 2 :

Etendue de la mesure(*1000)	n	Moyenne	d	Sd	+/- l
0 - 500	76	154	-7.2 (*)	20.2	+/- 40.4

500 - 1000	16	654	-9.1 (NS)	19.4	+/- 38.8
1000 - 2000	5	1395	-9.0 (NS)	52.2	+/- 104.4
1000 - 3000	7	1643	- 2.1 (NS)	44.8	+/- 89.6
0 - 3000	99	340	-7.2 (*)	22.3	+/- 44.6

TABLEAU 2 :Justesse du Fossomatic 5000

n : nombre d'échantillons

\bar{d} : moyenne des écarts appareil-référence

Sd : écart-type des écarts

+/- I : Intervalle de confiance pour 95% des résultats

* : significatif au seuil de 5% NS : non significatif

Le biais moyen mesuré de -7200 cellules/ml ne représente que - 2% en valeur relative et reste dans l'incertitude liée à la méthode de référence et à la précision du calibrage. La précision d'estimation de la méthode apparaît relativement constante entre 0 et 1 000 000 cellules/ml, environ +/- 40 000 cellules/ml. Elle tend à augmenter au delà, mais reste de l'ordre de +/- 100 000 entre 1 et 2 millions cellules/ml. L'écart type relatif (ou Sd%) est d'environ 3% dans les deux tranches et du même ordre que la répétabilité de l'appareil.

La comparaison des résultats de 135 échantillons individuels de vache analysés dans les mêmes conditions sur le Fossomatic 5000 et 400 (calibré avec les mêmes échantillons commerciaux CECALAIT) montre une étroite concordance avec un écart type résiduel de 15 000 sur l'ensemble de la plage testée.

Le Fossomatic 5000 présente des performances de justesse (ajustement moyen et précision d'estimation) satisfaisant aux besoins du paiement du lait et du contrôle laitier comparable aux appareils déjà utilisés dans ce contexte.

🔗 CONCLUSION GENERALE

L'appareil Fossomatic 5000 a été évalué dans le cadre d'un agrément pour le paiement du lait et du contrôle laitier. Il s'est

montré conforme aux normes existantes sur les différents points testés : stabilité, traçage, linéarité, répétabilité et justesse. Ses performances de précision générales et mesurées le rendent apte à être utilisé dans un laboratoire interprofessionnel et de contrôle laitier après une étape de confirmation dans les conditions réelles d'analyses dans un laboratoire de routine.

N.B. : Depuis cette évaluation, le Fossomatic 5000 a reçu l'agrément officiel du Ministère de l'Agriculture dans le cadre du paiement du lait.

Références

FIL 128 : 1985. LAIT. Définition et évaluation de la précision globale des méthodes indirectes d'analyse du lait - Application au calibrage et au contrôle de qualité.

FIL 135B : 1991. LAIT ET PRODUITS LAITIERS. Caractéristiques de fidélité des méthodes analytiques - Schéma de conduite d'une étude collaborative.

FIL 148A :1995. LAIT. Numération des cellules somatiques du lait.

(par O. Leray et Ph. Trossat)

LE COIN DES OCCASIONS

Vente d'un spectromètre à transformée de Fourier en moyen infra-rouge (MIR-TF) Anadis MI200 (1994), ayant servi à l'analyse du lait cru, du lait UHT et du sérum.

Pour plus de renseignement, contracter Mme Barthe LOUIS au LDA 39 (Tel : 03.84.37.12.63).

NOUVEAUTES DANS LA REGLEMENTATION

FRANCE

Arrêté du 19/02/1997, relatif au retrait de la consommation humaine des denrées alimentaires d'origine animale contaminées par des résidus de pesticides.

Il complète l'arrêté du 5/12/1944 par une liste supplémentaire de pesticides avec leurs teneurs maximales des résidus autorisées.

Arrêté du 20/01/1997, déléguant à l'Office national interprofessionnel du lait et des produits laitiers la réalisation d'une enquête statistique mensuelle de production et de stocks sur le lait et le produit laitier (directive du Conseil 96/16/CE du 19 mars 1996).

Avis du 18/01/1997, relatif à la production de laits de consommation et de produits à base de lait, en vue de leur mise sur le marché communautaire.

Il s'agit de la mise à jour de la liste des établissements titulaires de la marque de salubrité, prévue par les arrêtés concernant l'agrément des transformateurs de lait et produits laitiers, ainsi que des centres de collecte, de standardisation ou de traitement du lait.

Arrêté du 10/02/97 modifiant l'arrêté du 18 mars 1994 relatif à l'hygiène du lait.

Plusieurs paragraphes sont modifiés :

- concernant la pasteurisation du lait collecté dans une zone de fièvre aphteuse : un second traitement (thermique, ou séchage ou chimique) doit être ajouté.

- concernant l'entreposage, des dérogations de températures sont accordées pour des raisons technologiques liés à la fabrication de certains produits à base de lait, le produit final devant satisfaire les exigences microbiologiques prévues par l'arrêté du 30 mars 1994.

concernant les critères microbiologiques des laits traités thermiquement, les limites pour 1999 sont précisées.

Arrêté du 10/02/97 modifiant l'arrêté du 30.12.93 relatif aux conditions d'installation, d'équipement et de fonctionnement des centres de collecte ou de standardisation du lait et des établissements de traitement et de transformation du lait et des produits à base de lait.

Il complète le chapitre concernant l'équipements des locaux et apporte quelques modifications sur la périodicité de nettoyage et complète la liste des dérogations à l'hygiène du lait

EUROPE COMMUNAUTAIRE

Décision de la commission du 18.12.96 portant dispositions d'application de la directive 96/16 du Conseil concernant les enquêtes statistiques à effectuer dans le domaine du lait et des produits laitiers (J.O. CE L 24 du 25/1/1997)

Ce texte définit la liste des produits laitiers sur lesquels portent les enquêtes. Celles-ci doivent être effectuées par les états membres auprès des entreprises achetant ou collectant du lait et/ou des produits laitiers. Il s'agit principalement de recueillir mensuellement et annuellement des données :

- ♦ sur les quantités de lait ou crème collectés,
- ♦ sur les quantités de produits laitiers frais traités et de certains produits fabriqués,
- ♦ sur la teneur en matière grasse du lait et de la crème,
- ♦ sur la teneur en protéines du lait.

Ces données doivent être transmises à l'Office Statistique des Communautés Européennes. La Commission communique ensuite l'ensemble des résultats aux Etats membres.

Règlements CE n°17/97 du 08.01.1997, n° 211/97 du 04.02.1997 et n° 270/97 du 14.02.1997 de la Commission, modifiant les annexes I, II, III et/ou IV du règlement n° 2377/90 du Conseil établissant une procédure communautaire pour la fixation des limites maximales de résidus (LMRs) de médicaments vétérinaires dans les aliments d'origine animale. (J.O. CE L 5 du 09/01/1997, L 35 du 5/2/1997, L 45 du 15/2/1997)

Ces textes complètent la liste des substances non soumises à une limite maximale de résidus, il s'agit de différents composés inorganiques et organiques (annexe II). Des substances pharmacologiquement actives ont été ajoutées avec des LMRs fixées : médicaments antiparasitaires tel que l'éprinomectine avec une LMR de 30 µg/kg de lait, et des agents infectieux comme la céfazoline avec une LMR de 50 µg/kg de lait (annexe I). Ils complètent également la liste des LMRs pour certains agents parasitaires, à savoir l'albendazole sulphonyde avec une LMR de 100 µg/kg de lait, et des antibiotiques tels que la céphapirine avec une LMR de 10 µg/kg de lait (annexe III). Enfin, le chloroforme et la chlorpromazine sont rajoutés à la liste des substances pour lesquelles aucune LMR ne peut être fixée (annexe IV).

Directive 96/83/CE du Parlement Européen et du Conseil du 19.12.96 modifiant la directive 94/35/CE concernant les édulcorants destinés à être employés dans les denrées alimentaires (J.O. CE L 48 du 19/02/1997)

Elle complète la liste des aliments où il est autorisé d'ajouter des édulcorants ainsi que les doses maximales d'emploi. Dans notre domaine, l'édulcorant E957 (taumatine) peut être utilisé pour la fabrication des glaces de consommation, à valeur énergétique réduite, ou sans sucres ajoutés.

Elle précise la notion de « *quantum satis* » comme indication qu'aucune quantité maximale n'est spécifiée, les matières édulcorantes étant employées conformément aux bonnes pratiques de fabrication.

NORMES ET PROJETS DE NORMES PARUS RECEMMENT

(reçus entre Février et Avril 97)

NORMES AFNOR

FD V 03-115 Juillet 1996 (ICS 67.040). Analyse des produits agricoles et alimentaires. Guide pour l'utilisation des matériaux de référence.

Cette norme développe un guide sectoriel pour l'utilisation des matériaux de référence dans le domaine de l'analyse agro-alimentaire en s'appuyant sur des textes plus généraux (NF X06-031, V03-110, pr NF ISO 11095).

Elle précise la définition et les dispositions générales relatives aux matériaux de référence (sélection, conservation, utilisation ...). Trois chapitres sont consacrés à l'utilisation de tels matériaux pour l'étalonnage d'un instrument de mesure, pour le contrôle de la qualité des mesures ou l'évaluation d'une méthode d'analyse interne, l'ensemble étant illustré d'exemples.

V 08-028-1 (NF EN ISO 11290-1) Février 1997 (ICS 07.100.30). Microbiologie des aliments : Méthode horizontale pour la recherche et le dénombrement de *Listeria monocytogenes*. Partie 1 : Méthode de recherche.

Cette norme remplace le projet de norme du même numéro.

PROJETS DE NORMES AFNOR

Projet V 08-028-2 (NF EN ISO 11290-2). Microbiologie des aliments : Méthode horizontale pour la recherche et le dénombrement de *Listeria monocytogenes*. Partie 2 : Méthode de dénombrement.

Il reprend les mêmes principes que la norme V 08-028-1 avec une procédure en six étapes :

- * préparation de suspension
- * revivification pendant une heure à 20°C +/- 2°C
- * ensemencement sur milieu sélectif solide
- * incubation
- * soumission aux essais de confirmation
- * calcul du nombre de *Listéria* par g ou ml d'échantillon.

Projet V 08-030 (NF ISO 15214). Microbiologie des Aliments : Dénombrement des bactéries lactiques. Technique par comptage des colonies à 30°C.

Cet projet s'applique aux produits destinés à la consommation

humaine ou à l'alimentaire animale avec quelques restrictions.

La méthode se base sur un comptage de colonies obtenues en milieu solide (gélose MRS, pH 5.7) après incubation aérobie à 30°C pendant 3 jours, sans information spécifique sur l'échantillonnage ou la prise d'essai (se référant à la norme ISO 6887).

Projet V 04-175 (NF EN ISO 14501). Lait et lait en poudre. Détermination de la teneur en aflatoxine M1. Purification par chromatographie d'immunoaffinité et détermination par CLHP.

Ce projet remplace la norme V03-120 (juin 1994). Il reprend le même principe mais précise davantage les spécificités des colonnes d'immunoaffinité, des solutions témoin d'aflatoxine (pas de dénomination commerciale) et leur critère de performance.

NORMES FIL

177:1996. LAIT ECREME EN POUDRE. Détermination de la teneur en vitamine D.

Les diverses étapes de la méthode sont : saponification, purification par chromatographie liquide haute performance en phase normale suivie d'une détermination par CLHP en phase inverse.

178:1996. LAIT ET LAIT TRAITE THERMIQUEMENT. Détermination de la teneur en β -lactoglobuline soluble dans l'acide. Méthode par chromatographie liquide haute pression (CLHP) en phase inverse.

Le principe implique une précipitation à pH 4.6 et une détermination de la teneur en β -lactoglobuline dans le lactosérum acide centrifugé et filtré. La limite inférieure de quantification est de 15 mg/L.

122C:1996 LAIT ET PRODUITS LAITIERS. Préparation des échantillons et des dilutions en vue de l'examen microbiologique.

Cette norme remplace la norme FIL 122B:1992. Elle fait référence, outre au guide de l'échantillonnage et aux règles générales pour les examens microbiologiques, aux directives générales des méthodes pour la recherche de salmonelles. De plus, des diluants spécifiques pour les aliments pour nourrisson sont ajoutés.

DU COTE DE LA BIBLIO

Cette fois encore, nous vous fournissons en annexe la liste complète des références intégrées dans notre base de données sur les techniques analytiques laitières au cours du dernier trimestre.

Si vous souhaitez obtenir des précisions sur ces références, ou la copie d'un document signalé, n'hésitez pas à prendre contact avec nous..