

EVALUATION DES REACTIFS FISHER CHEMICAL®

Cette étude avait pour objet l'évaluation de l'adéquation des réactifs Fisher Chemical®, fabriqués par la société Thermo Fisher Scientific, pour la réalisation d'essais sur lait et fromage.

Les couples essais-réactifs suivant ont été évalués :

- Acide sulfurique (code : S/9360/PB15) et alcool isoamylique (code : A/7000/15) pour la détermination de la matière grasse du lait selon la méthode Gerber NF ISO 19662.
- Ether de pétrole 40-60 °C (code : P/1760/17) et diéthyle oxyde (code : D/2450/17) pour la détermination de la matière grasse du lait selon la méthode Rose-Gottlieb NF EN ISO 1211.
- Acide sulfurique 98 % (code : S/9250/15), hydroxide de sodium 40 % (code : S/4960/17) et solution d'acide borique 4 % (code : K/0205/15) pour la détermination de l'azote du lait selon la méthode Kjeldahl NF EN ISO 8968-1.
- Acide acétique (code : A/0400/PB15) et acide perchlorique 60 % (code : P/1240/PB15) pour la détermination de la matière grasse du fromage selon la méthode acido-butyrométrique NF V04-287 (Heiss).

Toutes les caractéristiques des réactifs, à l'exception de l'alcool isoamylique (code : A/7000/15), satisfont aux exigences des normes. L'alcool isoamylique ne satisfait pas aux exigences de la méthode normalisée sur le rapport isomérique (91% ± 2% de 3-méthylbutan-1-ol et 9% ± 2% de 2-méthylbutan-1-ol). Le certificat de qualité n'indique que la proportion des 2 isomères dans le produit (≥ 98%).

1- MODE OPERATOIRE

Les tests ont été réalisés, en double, sur 4 échantillons de référence (ETG ACTALIA Cecalait) sur 2 mois consécutifs de septembre à octobre 2019 au Laboratoire de physico-chimie d'ACTALIA Cecalait, selon les méthodes : Gerber NF ISO 19962, Röse-Gottlieb NF EN ISO 1211, Kjeldahl NF EN ISO 8968-1° et Heiss NF V04-287.

Les tests comparatifs ont été réalisés, en double, sur 10 échantillons de lait cru et de fromage (méthode Heiss) analysés avec les réactifs d'ACTALIA Cecalait et les réactifs de Thermo Fisher Scientific. Les fromages utilisés pour ces tests étaient 4 fromages à pâte molle, 2 fromages à pâte dure et 4 fromages à pâte semi-dure.

Les réactifs utilisés par ACTALIA Cecalait pour cette étude sont présentés dans le tableau suivant :

	Méthode Gerber	Méthode Röse Gottlieb	Méthode Kjeldahl	Méthode Heiss
Réactifs	- Acide sulfurique 90-91% <i>Panréac® ref. 121010</i> - Alcool isoamylique <i>Panréac® ref. 125715</i>	- Ether de pétrole 40-60 °C <i>VWR Chemicals® ref. 23835</i> - Diéthyle oxyde <i>VWR Chemicals® ref. 23809</i>	- Acide sulfurique 98% <i>Panréac® ref. 173163</i> - Hydroxide de sodium <i>VWR Chemicals® ref. 28248</i> - Acide borique <i>Fluka® ref. 31146</i>	- Acide acétique glacial <i>Panréac® ref. 131008</i> - Acide perchlorique 60% <i>Panréac® ref. 131054</i>

Tableau 1 : liste des réactifs utilisés par ACTALIA Cecalait

2- RESULTATS

2-1. Echantillons de référence (ETG)

Le tableau suivant présente les résultats obtenus sur les échantillons de référence. Les résultats correspondent à la moyenne de 8 répétitions effectuées pour les méthodes Gerber, Kjeldahl et Heiss, et de 7 répétitions pour la méthode Röse-Gottlieb (3 sur ETG 10 LEXT et 4 sur ETG 11 LEXT). Les valeurs de référence sont les valeurs assignées de l'ETG, calculées à partir des résultats d'un groupe de laboratoires experts.

METHODE GERBER	SRM 08 LGER	Résultats (g/l)	Valeur de référence (g/l)	SRM 09 LGER	Résultats (g/l)	Valeur de référence (g/l)
	X	38,888	38,75	X	36,000	35,98
	Sx	0,048		Sx	0,041	
	d	0,137		d	0,020	
CD 95	0,637		CD 95	0,637		
METHODE ROSE-GOTTLIEB	SRM 10 LEXT	Résultats (g/kg)	Valeur de référence (g/kg)	SRM 11 LEXT	Résultats (g/kg)	Valeur de référence (g/kg)
	X	35,64	35,57	X	35,02	35,02
	Sx	0,071		Sx	0,069	
	d	0,072		d	0,002	
CD 95	0,308		CD 95	0,296		
METHODE KJELDAHL	SRM 08 LKJEL	Résultats (gN/kg)	Valeur de référence (gN/kg)	SRM 09 LKJEL	Résultats (gN/kg)	Valeur de référence (gN/kg)
	X	5,489	5,47	X	5,262	5,25
	Sx	0,005		Sx	0,006	
	d	0,019		d	0,012	
CD 95	0,040		CD 95	0,040		
METHODE HEISS	SRM 08 FFO	Résultats (g/100g)	Valeur de référence (g/100g)	SRM 09 FFO	Résultats (g/100g)	Valeur de référence (g/100g)
	X	27,96	28,01	X	28,02	28,09
	Sx	0,186		Sx	0,120	
	d	-0,055		d	-0,074	
CD 95	0,535		CD 95	0,535		

X : moyenne ; Sx : écart-type ; d : écart moyen entre résultats observés et valeurs de référence ; CD 95 : écart critique selon ISO 5725-6.

Tableau 2 : Résultats des essais réalisés sur 2 ETG consécutifs

On peut remarquer que, pour toutes les méthodes et pour les deux séries testées, les écarts moyens obtenus par rapport aux valeurs de référence sont inférieurs à l'écart critique CD_{95} de la norme ISO 5725-6 (§ 4.2.3). Pour la méthode Gerber, l'écart moyen est également inférieur à la limite habituellement appliquée dans les laboratoires laitiers pour le contrôle des échantillons témoins ($\pm 0,20$ g/l).

2-2. Echantillons de lait et fromage

Le tableau suivant présente les résultats obtenus sur les échantillons de lait et fromage (méthode Heiss). Les résultats observés correspondent à la moyenne de répétitions effectuées en condition de répétabilité (écarts entre doubles inférieurs à 0,5 g/l).

METHODE	ID	X	Sx	d	Sd	Sr	CD ₉₅
METHODE GERBER	Résultats (g/l)	33,35	10,95	0,01	0,043	0,051	
	Résultats ACTALIA Cecalait (g/l)	33,34	10,96			0,061	
METHODE ROSE-GOTTLIEB	Résultats (g/kg)	32,20	10,54	0,136	0,147	0,080	0,158
	Résultats ACTALIA Cecalait (g/kg)	32,06	10,58			0,090	
METHODE KJELDAHL	Résultats (g/kg)	5,15	0,606	0,012	0,015	0,014	0,019
	Résultats ACTALIA Cecalait (g/kg)	5,16	0,606			0,013	
METHODE HEISS	Résultats (g/100 g)	26,74	6,193	0,036		0,11	0,095
	Résultats ACTALIA Cecalait (g/100 g)	26,71	6,262			0,14	

X, Sx : moyenne et écart-type des résultats ; d : écart moyen entre les résultats observés et résultats d'ACTALIA Cecalait ; Sr : écart-type de répétabilité absolu ; CD_{95} : écart critique selon ISO 5725-6.

Table 3: Results of the methods on raw milk and cheese (Heiss method)

Pour les aspects de répétabilité, les écarts-types absolus sont équivalents pour les deux séries analytiques et inférieurs aux limites des méthodes de référence : $S_r = 0,18\text{g/l}$ pour la méthode Gerber, $S_r = 0,16\text{g/kg}$ pour la méthode Röse-Gottlieb, et $S_r = 0,022\text{ gN/kg}$ pour la méthode Kjeldahl, et proche de la limite de la méthode de référence pour la méthode Heiss ($S_r = 0,11\text{ g/100g}$).

Concernant la précision, on peut noter que les moyennes ne sont pas statistiquement différentes (test de Student à 5 %) et que l'écart moyen pour la méthode Gerber est très faible (0,01 g/l).

De plus, on peut observer que les performances calculées (d et S_d) sont conformes aux limites utilisées dans les tests d'aptitude :

- matière grasse dans le lait par la méthode Gerber ($\pm 0,20\text{ g/l}$ pour le biais moyen et $0,30\text{ g/l}$ pour l'écart-type des écarts).
- matière grasse dans le lait par la méthode extraction ($\pm 0,20\text{ g/kg}$ pour le biais moyen et $0,30\text{ g/kg}$ pour l'écart-type des écarts).
- azote dans le lait par la méthode Kjeldahl ($\pm 0,04\text{ gN/kg}$ pour le biais moyen et $0,03\text{ gN/kg}$ pour l'écart-type des écarts).
- matière grasse dans le fromage par la méthode Heiss ($\pm 0,30\text{ g/100 g}$ pour le biais moyen et $0,30\text{ g/100 g}$ pour l'écart-type des écarts).

On peut également souligner que les écarts moyens entre les deux séries analytiques sont inférieurs aux écarts critiques CD_{95} , calculés selon l'ISO 5725-6 (§ 4.2.1) à partir de valeurs normalisées ($r = 0,43\text{ g/kg}$ et $R = 0,56\text{ g/kg}$ pour la méthode Röse-Gottlieb ; $r = 0,06\text{ gN/kg}$ et $R = 0,077\text{ gN/kg}$ pour la méthode Kjeldahl ; et $r = 0,3\text{ g/100g}$ et $R = 0,8\text{ g/100g}$ pour la méthode Heiss).

3- CONCLUSION

A l'exception de l'alcool amylique, tous les réactifs proposés par Thermo Fisher Scientific répondent aux exigences techniques des méthodes de référence normalisées.

Concernant les tests de performance réalisés, tous les réactifs testés [acide sulfurique (test Gerber) (code : S/9360/PB15), alcool isoamylique (code : A/7000/15), éther de pétrole 40-60 °C (code : P/1760/17), éther diéthylique (code : D/2450/17), acide sulfurique 98% (code : S/9250/15), hydroxyde de sodium 40% (code : S/4960/17), solution d'acide borique 4 % (code : K/0205/15), acide acétique glacial (code : A/0400/PB15) et acide perchlorique 60% (code : P/1240/PB15)] permettent d'obtenir des résultats équivalents à ceux obtenus avec les autres réactifs disponibles sur le marché.

D'après le rapport d'évaluation des réactifs Fisher Chemical® - A. OUDOTTE et Ph. TROSSAT – Septembre à novembre 2019