

www.cecalait.fr



# Catalogue des échantillons Cecalait 2019—Version 2

Expertise et contrôle des analyses laitières

Catalogue pour les laboratoires situés en France métropolitaine

ACTALIA Cecalait apporte une contribution technique et scientifique à la connaissance, au développement et à l'harmonisation au niveau national et international des méthodes analytiques pour le lait et les produits laitiers.

Diverses prestations sont proposées aux laboratoires et fournisseurs :

- Essais inter-laboratoires d'aptitude
- Fourniture de matériaux de référence

Près de 800 laboratoires dans le monde font confiance à ACTALIA Cecalait pour :

- Fiabiliser leurs résultats d'analyses
- Repérer les dérives éventuelles

ACTALIA Cecalait
B.P. 70129

F 39801 Poligny Cedex Tél.: +33 (0)3 84 73 63 20 Fax: +33 (0)3 84 73 63 29 cecalait@actalia.eu

> Accréditations n° 1-5577, Essais, n° 1-2473, Comparaisons inter-laboratoires, Portée disponible sur www.cofrac.fr





## **CONTACTS**

Télécopie : 03.84.73.63.29

■ n.trossat@actalia.eu

Standard: 03.84.73.63.20

Nadine TROSSAT

**Directeur ACTALIA CECALAIT - Coordonnateur 2** 03.84.73.63.20 Philippe TROSSAT p.trossat@actalia.eu **Service Commandes – Facturation clients** ♥ Pour tout renseignement ou problème concernant les inscriptions, abonnements, expéditions ou la facturation ■ cecalait@actalia.eu Céline BULLE **2** 03.84.73.63.20 ■ c.bulle@actalia.eu Sandrine LE REST ■ s.lerest@actalia.eu **2** 03.84.73.63.20 Service traitement résultats – Responsable traitement statistique ♥ Pour tout renseignement ou problème concernant le traitement des résultats des essais d'aptitude Eric MENEGAIN **2** 03.84.73.73.27 ■ e.menegain@actalia.eu Séverine SANCHEZ **2** 03.84.73.63.20 ■ s.sanchez@actalia.eu ♦ Services techniques – Responsables production des échantillons En physico-chimie, microbiologie et pour les antibiotiques Julie BASTIEN **2** 03.84.73.63.20 □ j.bastien@actalia.eu ♦ Services techniques – Expertise analytique 🦻 Pour tout renseignement et appui technique en physico-chimie Aurore OUDOTTE **2** 03.84.73.63.20 ■ a.oudotte@actalia.eu ♥ Pour tout renseignement et appui technique en microbiologie et pour les antibiotiques Patricia ROLLIER **2** 03.84.73.63.20 p.rollier@actalia.eu **Service Qualité - Relations Clients** Bour vos réclamations liées à l'acheminement / transport Sandrine LE REST **2** 03.84.73.63.20 ■ s.lerest@actalia.eu \$ Pour toutes vos autres réclamations

**2** 03.84.73.63.12

#### TABLE DES MATIERES

Intitulés Descr	riptifs et calendriers prévisionnels d'envoi Page
SERVICES CECALAIT	3
REGLEMENT	4-6
ESSAIS D'APTITUDE – Informations générales	7-10
Calendrier annuel des envois	11
PHYSICO-CHIMIE	12
- Essais d'aptitude sur lait cru	12-13
- Essais d'aptitude sur lait cru de brebis	13
- Essais d'aptitude activité phosphatasique sur lait	14
- Essais d'aptitude acidité sur lait	14
- Essais d'aptitude sur crème	14-15
- Essais d'aptitude matière grasse sur lait homogénéisé	15
- Essais d'aptitude lipolyse sur lait cru	15
<ul> <li>Essais d'aptitude physico-chimie sur fromage : <ul> <li>Type pâte molle</li> <li>Type pâte fraîche</li> <li>Type pâte pressée cuite râpée</li> <li>Type fondu</li> </ul> </li> <li>Essais d'aptitude sur lait sec</li> <li>Essais d'aptitude sur beurre</li> <li>Essais d'aptitude sur lactosérum</li> <li>Essais d'aptitude sur lactosérum concentré</li> <li>Essais d'aptitude sur lactosérum en poudre</li> <li>Essais d'aptitude sur rétentat</li> </ul>	16 16 16-17 17 17 18 18 19 19
- Essais d'aptitude moyen infrarouge sur lait cru gamme médiane	20
<ul> <li>Essais d'aptitude moyen infrarouge sur lait cru gamme haute</li> <li>Essais d'aptitude protéines associées à la gestation (PAG)</li> <li>Essais d'aptitude acétone/BHB</li> </ul>	20 20-21 21
MICROBIOLOGIE	22
- Essais d'aptitude flore banale sur lait cru	22
- Essais d'aptitude flore pathogène dans le lait	22-25
- Essais d'aptitude flore pathogène dans le fromage	25-28
- Essais d'aptitude spores butyriques sur lait cru	28-29
ANTIBIOTIQUES	30
- Essais d'aptitude détection des antibiotiques dans le lait	30

# **SERVICES CECALAIT**

## **DESCRIPTIFS, TARIFS**

ET

#### **BULLETINS D'INSCRIPTION**

#### **ATTENTION**

1 – Ce catalogue contient l'ensemble des descriptifs des essais d'aptitude et échantillons à teneur garantie pour l'année 2019.

Conservez-le ou, si vous n'en avez pas l'usage, transmettez-le à votre laboratoire ou à votre service assurance et contrôle qualité

- 2 Les inscriptions aux essais d'aptitude ou aux échantillons à teneur garantie ne sont pas reconductibles d'une année sur l'autre et doivent être renouvelées via votre compte client sur notre site internet <a href="https://www.cecalait.fr">www.cecalait.fr</a>
- 3 Pour recevoir à temps vos envois d'échantillons à teneur garantie du mois de janvier pensez à vous inscrire avant le

7 décembre 2018

# REGLEMENT

- a) L'inscription engage ACTALIA Cecalait et le laboratoire client. Il signifie que ce dernier s'engage à respecter les dispositions décrites ci-après et les conditions générales de vente. Dès réception du bulletin, le laboratoire est enregistré et sera dès lors destinataire des échantillons commandés.
- b) Critères d'inscription : ACTALIA Cecalait se réserve le droit de refuser l'inscription d'un laboratoire à un circuit d'essai d'aptitude ou à des échantillons à teneur garantie dans le cas où il existerait des problèmes de douanes propres au pays destinataire, des lois internes empêchant le colis d'arriver dans les délais escomptés. Tout client qui ne serait pas à jour du règlement de ses factures verra son inscription refusée. Toute commande ponctuelle ne sera acceptée que dans la limite de validité des échantillons et des stocks disponibles.
- c) ACTALIA Cecalait ne peut être tenu pour responsable d'anomalie ou d'incident relevant d'une utilisation ou d'une manipulation inappropriée du produit fourni, ni des conséquences qui en découlent. Dans tous les cas, la prestation reste due.
- d) Toute inscription sera facturée selon les tarifs en vigueur édités par ACTALIA Cecalait, en même temps que le renvoi des traitements statistiques aux laboratoires pour les essais d'aptitude et en cours d'année pour les échantillons à teneur garantie.

Le montant indiqué correspond au montant net devant être perçu par ACTALIA Cecalait. Toutes taxes locales, frais bancaires, retenues à la source ou autres dispositions fiscales spécifiques au pays restent à la charge **exclusive** du client. Tous les frais constatés sur les règlements seront systématiquement refacturés.

- e) Une annulation d'inscription ne peut être prise en compte que si elle parvient à ACTALIA Cecalait avant la date d'envoi des échantillons. Une annulation téléphonique doit être confirmée par écrit.
- f) La communication avec les laboratoires utilisateurs se fait essentiellement via le compte (espace) client de notre site internet (téléchargement des fichiers de résultats vierges, des rapports statistiques d'essais d'aptitude, des valeurs de référence...). Les adresses utilisées à ces effets sont celles enregistrées dans la rubrique "Mes contacts" de l'espace client du site. Celles-ci peuvent être modifiées, supprimées ou ajoutées, à votre demande, en cours d'année, grâce au formulaire disponible dans cette rubrique.
- g) En cas de refus de colis (reçu dans les délais de livraison), les frais de retour sont à la charge du client.
- h) <u>Processus de réclamation/recours</u>: Les réclamations se font depuis votre espace client de notre site internet <u>www.cecalait.fr</u>. Elles sont centralisées auprès de Mme Nadine TROSSAT (téléphone 03.84.73.63.12 mail : <u>n.trossat@actalia.eu</u>). Elle se chargera de l'enregistrement de votre réclamation, du suivi de son traitement avec les services concernés et de réaliser une réponse en retour.

#### i) Pour les essais d'aptitude spécifiquement :

- ACTALIA Cecalait propose des essais d'aptitude dont certains sont couverts d'accréditation.
- \* « accréditation n°1-2473, comparaisons interlaboratoires, portée disponible sur www.cofrac.fr ». ACTALIA Cecalait est accrédité en **portée flexible**.

En portée flexible, ACTALIA Cecalait est reconnu compétent pour modifier, développer et mettre en œuvre toute comparaison interlaboratoires dans le cadre des domaines de compétences couvert par la portée générale et selon les exigences décrites dans le LAB CIL REF 08.

La portée générale définit le champ général pour lequel ACTALIA Cecalait est accrédité, mais seule la portée détaillée recense la liste exhaustive des comparaisons interlaboratoires proposées sous accréditation. Celle-ci est disponible sur simple demande auprès d'ACTALIA Cecalait mais également sur le site internet www.cecalait.com

- Critère d'éligibilité : tous les laboratoires peuvent participer aux essais d'aptitude Cecalait qu'ils soient accrédités ou non.
- ACTALIA Cecalait se réserve la possibilité d'annuler un critère dans le cas d'une participation de moins de 10 laboratoires (afin de garantir la validité du traitement statistique).
- ACTALIA Cecalait effectue les traitements statistiques sur **les résultats tels qu'ils apparaissent sur les grilles fournies à cet effet**. En l'absence de précision particulière du laboratoire participant concernant les unités d'expression, les unités seront considérées par défaut comme étant celles demandées sur les grilles de résultats. Les incertitudes à vos essais ne sont pas demandées et ne seront pas prises en compte.

- Nous vous rappelons que **l'objectif** d'un essai d'aptitude est **d'évaluer la performance du laboratoire participant.** Nous attirons donc l'attention du participant, qu'outre le fait, qu'il est dans son intérêt et **se doit** de rendre des résultats obtenus de **manière intègre**, nous identifions les échantillons de manière différente d'un essai d'aptitude à l'autre.

Le laboratoire participant s'engage à ne pas commettre de collusion avec d'autres participants et s'engage à ne pas falsifier ses résultats.

ACTALIA Cecalait se réserve donc le droit de ne pas prendre en compte les résultats à un essai d'aptitude d'un laboratoire, s'il a connaissance d'une éventuelle **collusion/falsification**.

- Les laboratoires participants, dans leur propre intérêt, doivent respecter les délais de renvoi des résultats précisés sur les feuilles de résultats. Dans le cas contraire, ACTALIA Cecalait mettra en œuvre le traitement statistique sans tenir compte des résultats des laboratoires retardataires. Dans ce cas, la facturation intégrale de l'essai sera maintenue.
- Les résultats des traitements statistiques sont adressés de manière anonyme à chacun des participants qui ne connaît que son seul numéro d'identification.
- Le retour du traitement après envoi des échantillons (sous réserve du respect de la date de retour des résultats par les participants) sera le premier jour ouvré qui suit le :
  25ème jour pour les essais d'aptitude activité phosphatasique, acidité, lipolyse, crème,
- 25<sup>eme</sup> jour pour les essais d'aptitude activité phosphatasique, acidité, lipolyse, crème, lactosérum, lactosérum concentré, lactosérum en poudre, flore pathogène dans le fromage formule 2 critères et flore pathogène dans le lait cru formule 3 critères,
- 30<sup>ème</sup> jour pour les essais d'aptitude lait homogénéisé, fromage frais, beurre, flore pathogène dans le fromage formule 8 critères, antibiotiques et les spores butyriques,
  - 35<sup>ème</sup> jour pour les autres essais d'aptitude.
- La participation aux essais d'aptitude d'ACTALIA Cecalait entraîne de manière contractuelle (validation du bon de commande) l'acceptation par le participant de l'utilisation anonyme de ses résultats à des fins d'intérêt collectif (détermination des valeurs assignées, étude de l'amélioration des méthodes, etc.).
- Dans des circonstances exceptionnelles, une autorité réglementaire peut demander à ACTALIA Cecalait que les résultats d'un essai d'aptitude lui soient directement fournis.

Dans ce cas précis, ACTALIA Cecalait se doit de les lui transmettre.

Les laboratoires participants concernés seront alors avertis par écrit de cette action le jour de l'enregistrement de cette demande, le lendemain au plus tard selon heure de réception de la demande.

- Autorisation à faire référence à l'accréditation : ACTALIA Cecalait peut autoriser ses clients à faire référence à son accréditation. ACTALIA Cecalait est néanmoins responsable du respect par ses clients des règles établies dans le document Cofrac GEN REF 11 « Règles générales pour la référence à l'accréditation et aux accords de reconnaissance internationaux ».

Ce document est consultable :

- sur le site du Cofrac : www.cofrac.fr
- via le lien internet : <a href="http://www.cofrac.fr/documentation/GEN-REF-11">http://www.cofrac.fr/documentation/GEN-REF-11</a>

Pour cela, si un client souhaite faire référence à l'accréditation d'ACTALIA Cecalait, celui-ci s'engage à demander au préalable l'accord à ACTALIA Cecalait et à se conformer aux modalités d'utilisation de la référence à l'accréditation décrites dans le document cité ci-dessus.

Entre autres, la marque d'accréditation (logotype Cofrac/Comparaison Interlaboratoires d'ACTALIA Cecalait) ne devra être reproduite qu'en combinaison avec le logo d'ACTALIA Cecalait dans un même encadré et dans des proportions inférieures à celles du logo d'ACTALIA Cecalait.

Dans le cas où ACTALIA Cecalait aurait connaissance d'un usage erroné de son accréditation par un de ses clients, ACTALIA Cecalait prendra contact avec ce client :

- pour lui demander d'arrêter/de modifier immédiatement cette utilisation non conforme
- de faire une information à toute personne ayant pu en avoir pris connaissance.

Si le client refuse de mettre en action ces demandes, ACTALIA Cecalait s'en rapportera au COFRAC pour faire état des lieux des agissements dudit client.

- La tarification comprend :
  - Une partie fixe, intitulée frais d'inscription, qui couvre les frais d'organisation, d'inscription, de gestion des participants, et d'envoi des échantillons.
  - Une partie variable, intitulée frais de participation, proportionnelle au nombre de critères ou de méthodes auxquels s'est inscrit le laboratoire participant. Elle couvre les frais de traitement pour une seule série de données, de gestion des participants et d'envoi des résultats aux laboratoires.
  - Certains critères peuvent présenter un supplément tarifaire correspondant à la fourniture d'échantillons spécifiques.
- En aucun cas, ACTALIA Cecalait ne peut être tenu responsable des conséquences liées aux résultats d'un laboratoire aux essais d'aptitude.

- Pour tout recours concernant l'évaluation de votre performance, merci de nous informer par écrit (courrier postal ou mail) dans les 2 semaines après avoir reçu le rapport d'essai d'aptitude. Dans ce cas, nous vous contacterons pour le traitement de votre réclamation.

#### j) Pour les échantillons à teneur garantie spécifiquement :

- Est considéré comme abonnement, toute commande d'un même critère pour une période minimale de 6 mois consécutifs. La facturation se fait, dans ce cas, au prorata du nombre d'envois à effectuer.

#### **CONDITION PARTICULIERE**

La livraison avant 10 heures se fait sous réserve des possibilités du transporteur (à défaut, la livraison a lieu avant 12 heures).

# **ESSAIS D'APTITUDE**

## - Informations générales -

Les essais d'aptitude et critères signalés par \* sont couverts par l'« accréditation n° 1-2473, comparaisons interlaboratoires, portée disponible sur <a href="www.cofrac.fr">www.cofrac.fr</a> » et portée détaillée disponible <a href="www.cecalait.fr">www.cecalait.fr</a>

#### 1) Nature et nombre des échantillons

ACTALIA Cecalait propose aux laboratoires des essais d'aptitude Cecalait sur lait et produits laitiers comprenant de 5 à 15 échantillons suivant les méthodes ou les critères. La nature et le nombre des échantillons ont été choisis afin de fournir au laboratoire participant la meilleure information possible sur la performance du laboratoire, permettant un bon diagnostic et la mise en place des actions correctives adaptées en cas de besoin.

- La nature des échantillons proposés permet qu'ils soient les plus proches possible de ceux analysés en routine, que ce soit au niveau de la matrice (lait, fromage, crème...) ou de la composition (chimique, flore bactérienne...). En effet, dans de nombreux essais en chimie ou en microbiologie, l'influence de la matrice (composition et qualité) est primordiale.
- Le nombre d'échantillons, de 5 à 15, permet une évaluation complète de la gamme de mesure de la méthode et ainsi, assure la pertinence des critères finaux de performance que sont la moyenne des écarts (d) et l'écart-type des écarts (Sd) pour les essais d'aptitude quantitatifs et la fréquence des réponses vraies (flv %) pour les essais d'aptitude qualitatifs. De ce fait, il est possible de distinguer, une erreur ponctuelle sur 1 échantillon, un effet niveau de l'analyte mesuré, une erreur systématique sur l'étendue de mesure ..., permettant un véritable diagnostic sur la méthode considérée. Des essais avec un nombre plus faible d'échantillons ne pourraient pas donner une information aussi

## complète sur la performance du laboratoire.

#### 2) Contrôle qualité

Les essais d'aptitude font l'objet de contrôle d'homogénéité et de stabilité :

- Le contrôle de l'homogénéité est réalisé systématiquement (sur les essais d'aptitude accrédités) par analyse en double de 10 échantillons par lot (tous les niveaux sont contrôlés).
- Le contrôle de la stabilité est réalisé systématiquement (sur les essais d'aptitude accrédités) sur la période de validité des échantillons.

#### 3) Envoi des échantillons et des informations techniques

Les échantillons, un courrier d'accompagnement et un bon de livraison sont envoyés par transporteur express selon les modalités décrites pour chaque essai d'aptitude dans le catalogue.

Parallèlement, les feuilles vierges de retour de résultats sont disponibles le jour de l'envoi des échantillons sur l'espace client du site internet (un e-mail d'information de la mise à disposition de ce fichier est envoyé à l'adresse renseignée, cf. § f p. 4 du règlement).

#### 4) Réception, stockage et analyse des échantillons

En cas de réception d'un colis cassé, endommagé et/ou reconditionné, merci de nous contacter immédiatement pour vous informer de la marche à suivre en fonction du problème rencontré.

Les échantillons de l'essai d'aptitude doivent être traités de la même manière que la majorité des échantillons habituellement testés. La méthode utilisée doit être renseignée sur la feuille de résultats correspondant.

Les conditions par type d'échantillons sont les suivantes :

#### **CHIMIE:**

- 1 Les échantillons destinés aux analyses physico-chimiques contiennent pour la plupart un conservateur. Ils doivent néanmoins être stockés dès réception au froid positif à 4 (± 2) °C (sauf pour les produits déshydratés à température ambiante) et analysés dans la limite du délai spécifié dans la fiche explicative fournie avec les échantillons. Dans le cas où les échantillons ont été analysés dans un délai supérieur à celui spécifié, les résultats ne seront pas pris en compte dans le calcul de la valeur assignée.
- 2 Ne pas congeler les échantillons.

#### **MICROBIOLOGIE:**

- 1 A réception du colis, la température mesurée dans le flacon d'eau joint ne devra pas excéder 15 °C.
- 2 Les échantillons destinés aux analyses microbiologiques contiennent pour la plupart un conservateur bactériostatique. Ils doivent néanmoins être stockés dès réception au froid positif à 3 (± 2) °C et analysés de préférence le jour même, ou dans la limite de 3 jours après l'envoi. Pour les dénombrements, dans le cas où les échantillons ont été analysés dans un délai supérieur à celui spécifié, les résultats ne seront pas pris en compte dans le calcul de la valeur assignée.
- 3 Ne pas congeler les échantillons.
- 4 Après analyse, les échantillons doivent être détruits en appliquant les procédures décrites dans la norme ISO 7218 ou selon la législation en vigueur.

#### **ANTIBIOTIQUES:**

- 1 La lyophilisation permet de stabiliser les échantillons, ils doivent néanmoins être stockés dès réception au froid positif à 3 ( $\pm$  2) °C et analysés dans la limite de 9 jours après l'envoi.
- 2 L'analyse doit être réalisée rapidement après réhydratation des échantillons.
- 3 Après reconstitution, la congélation est possible.

#### 5) Envoi des résultats par les participants

Les résultats des essais d'aptitude doivent être transmis à ACTALIA Cecalait via l'espace client du site internet exclusivement, en respectant la date limite et en renseignant les unités, méthodes utilisées et les champs obligatoires sur les feuilles de retour de résultats de chaque essai (cf. § i p. 4 du règlement).

#### 6) Exploitation statistique des résultats et émission des rapports individuels

Pour chaque critère une exploitation statistique des résultats est réalisée conformément à nos directives générales DGTEAQT pour les essais d'aptitude quantitatifs et DGTEAQL pour les essais d'aptitude qualitatifs :

- Méthode d'analyse quantitative

Le principe de l'exploitation des résultats est le suivant :

- Pour l'ensemble des essais d'aptitude, pour la détermination des valeurs assignées, sélection des laboratoires sur la date de la réalisation des analyses dans le délai prescrit.
- Pour certains essais d'aptitude, pour la détermination des valeurs assignées, sélection sur les solutions ou témoins associés aux critères (cellules, lactose, solutions de cryoscopie, tryptophane, glycine, sulfate ...)
- Pour chaque échantillon :
  - Calcul de la moyenne des résultats du laboratoire (ou prise en compte de la valeur si pas d'analyses en double) (A).
  - Calcul d'une valeur assignée (B).
  - Calcul l'écart entre de la moyenne (A) et la valeurs assignée (B)
- Pour chaque laboratoire et pour l'ensemble des échantillons, calcul de la moyenne des écarts d (valeur assignée résultat laboratoire), puis calcul de l'écart-type des écarts Sd.
- Evaluation de la performance du laboratoire par comparaison des valeurs d et Sd du laboratoire par rapport aux limites et positionnement sur une cible de conformité

Un rapport individuel (contenant les résultats du laboratoire considéré) est ensuite émis contenant :

• Une évaluation de la répétabilité du laboratoire (tableau) pour information.

# • Une évaluation de la justesse globale du laboratoire (tableau et cible de conformité) correspondant à l'évaluation de performance du laboratoire.

- Une indication de performance individuelle, indiquant si l'objectif est atteint ou non ainsi qu'un émoticône de couleur pour symboliser le résultat (vert ou rouge)
- Une évaluation de la justesse du laboratoire échantillon par échantillon sous la forme d'un score Z (tableau et graphe) pour information.
- Une évaluation de l'étalonnage pour les essais d'aptitude lipolyse, lait cru noir amido, méthode infrarouge, cellules somatiques et urée uniquement (tableaux) pour information.
- Une évaluation de la linéarité pour les essais d'aptitude lait cru noir amido et méthode infrarouge uniquement (tableaux) pour information.
- Une évaluation des intercorrections entre canaux analytiques pour la méthode infrarouge uniquement (tableaux).

Un positionnement en laboratoire additionnel, des références des groupes de laboratoires français et étrangers sera effectué sur la cible de conformité dans les cas où le nombre de laboratoires étrangers et le nombre de laboratoires français sont supérieurs ou égaux à 5.

Une aide à la compréhension du rapport d'essai d'aptitude et l'exploitation des résultats vous est fournie sous forme d'un lien internet présent dans le rapport d'essai d'aptitude (notice explicative du rapport d'essai d'aptitude physico-chimie ou quantitatif microbiologie Cecalait), et est également disponible sur le site internet www.cecalait.fr.

#### - Méthode d'analyse qualitative et quantitative pour les EA activité phosphatasique sur lait

Selon la méthode mise en œuvre, le laboratoire participant sera destinataire d'un rapport individuel comportant une exploitation quantitative et/ou une exploitation qualitative de leurs résultats. L'exploitation qualitative sera faite à partir des valeurs assignées des échantillons définies dans l'exploitation quantitative du même essai.

#### - Méthode d'analyse qualitative pour les EA protéines associées à la gestation (PAG)

Le principe de l'exploitation des résultats est le suivant :

- Pour chaque échantillon, comparaison du résultat du laboratoire au résultat de référence.
- Calcul pour chaque laboratoire de la fréquence des réponses justes pour l'ensemble des échantillons.

Un rapport individuel (contenant les résultats du laboratoire considéré) est ensuite émis contenant :

- Un tableau de caractéristiques des échantillons.
- Les résultats de tous les participants (tableau de réponses des laboratoires (positif/négatif)
- Un tableau des réponses du laboratoire
- Un tableau de justesse (vrai/faux) et de fréquence des réponses justes correspondant à l'évaluation de performance du laboratoire
- Un histogramme de distribution des fréquences de réponses justes des laboratoires participants.

#### - Méthode d'analyse qualitative pour les EA microbiologie

Le principe de l'exploitation des résultats est le suivant :

- Pour chaque échantillon, comparaison du résultat du laboratoire au résultat de référence (issu de la contamination artificielle réalisée).
- Calcul pour chaque laboratoire de la fréquence des réponses justes pour l'ensemble des échantillons.

Un rapport individuel est ensuite émis contenant :

- Les informations sur les méthodes utilisées par tous les participants
- Un tableau de contamination des échantillons (types de microorganismes ajoutés (*Listeria*, *Salmonella*) et leur taux).
- Les résultats de tous les participants (tableau de réponses des laboratoires (positif/négatif))
- Un tableau des réponses du laboratoire
- Un tableau de justesse (vrai/faux) et de fréquence des réponses justes correspondant à l'évaluation de performance du laboratoire.
- Une indication de performance individuelle, indiquant si l'objectif est atteint ou non ainsi qu'un émoticône de couleur pour symboliser le résultat (vert ou rouge)
- Un histogramme de distribution des réponses justes.

Une aide à la compréhension du rapport d'essai d'aptitude et l'exploitation des résultats vous est fournie sous forme d'un lien internet présent dans le rapport d'essai d'aptitude (notice explicative du rapport d'essai d'aptitude qualitatif microbiologie Cecalait) et est également disponible sur le site internet www.cecalait.fr.

#### - Méthode d'analyse qualitative pour les EA antibiotiques

Un rapport individuel est émis contenant les résultats de chaque laboratoire, les taux et antibiotiques ajoutés pour chaque échantillon.

Če rapport contient également à titre informatif les méthodes et les résultats (positifs, négatifs ou douteux) de tous les participants.

<u>A noter</u>: La performance de votre laboratoire n'est pas évaluée par ACTALIA Cecalait, pour cet essai d'aptitude. Les résultats que vous obtenez dépendent des seuils de détection des méthodes/tests que vous utilisez Pour évaluer la performance de votre laboratoire, les seuils de détection définis dans votre notice fournisseur constituent le point de référence à comparer aux taux de supplémentation des échantillons.

#### 7) Envoi des rapports

Les rapports, sous la forme d'un fichier protégé anonyme, sont mis à disposition sur l'espace client des participants de notre site internet. Ceux-ci sont informés de sa disponibilité par e-mail à l'adresse déclarée à ACTALIA Cecalait pour cet usage.

	CALENDRIER DES ESSAIS D'APTITUDE - ANNEE 2019										
JANVIER	FEVRIER	MARS	AVR	IL MAI	JUIN	JUILLET	AOUT	SEPTEMBRE	OCTOBRE	NOVEMBRE	DECEMBRE
1 M	1 V	1 V		1 M	1 S		1 J S 31	1 D	1 M FPM/ BUTYRIQUES	1 V	1 D
2 M	2 S	2 S	1 L FFC	1 2 0 0 10	2 D	1 L	2 V		2 M	2 S	
3 J <b>S1</b>	3 D	3 D	2 M PF3			2 M	3 S	2 L LAIT CRU / ACETONE-BHB	3 J <b>S 40</b>	3 D	2 L LAIT CRU
4 V			3 M	4 S	3 L LAIT CRU	3 M	4 D	3 M FLORE BANALE	4 V		3 M FLORE BANALE
5 S	4 L	4 L LAIT CRU / ACETONE-BHB	4 J S1	4 5 D	4 M FLORE BANALE	4 J S 27		4 M	5 S	4 L LAIT HOMO	4 M
6 D	5 M CREME	5 M FLORE BANALE	5 V		5 M	5 V	5 L	5 J <b>S 36</b>	6 D	5 M CREME	5 J <b>S 49</b>
	6 M	6 M	6 S	6 L MIR MEDIAN	6 J <b>S 23</b>	6 S	6 M	6 V		6 M	6 V
7 L	7 J S6	7 J <b>S 10</b>	7 D	7 M	7 V	7 D	7 M	7 S	7 L FFO	7 J <b>S 45</b>	7 S
8 M BUTYRIQUES	8 V	8 V		8 M	8 S		8 J <b>S 32</b>	8 D	8 M	8 V	8 D
9 M	9 S	9 S	8 L	9 J <b>S 19</b>	9 D	8 L	9 V		9 M	9 S	O I MIR MEDIAN /
10 J S 2	10 D	10 D	9 M FLORE BA		40 1	9 M	10 S	9 L MIR MEDIAN	10 J S 41	10 D	9 L SERUM CONC.
11 V 12 S	11 L MIR MEDIAN	11 L	10 M	11 S 12 D	10 L	10 M 11 J S 28	11 D	10 M	11 V 12 S	11 L	10 M PL4
12 S	11 L MIR MEDIAN  12 M PL5	11 L	11 J <b>S 1</b>	12 0	11 M	11 J <b>S 28</b>	12 L	11 M 12 J <b>S 37</b>	12 S	11 L	11 M
13 0	13 M	13 M	13 S	13 L ANTIBIO	13 J <b>S 24</b>	13 S	13 M	13 V	13 0	13 M	13 V
14 L	14 J S 7	14 J S 11	14 D	14 M CREME	13 0 3 24	14 D	14 M	14 S	14 L ACIDITE /	14 J S 46	14 S
15 M PF8	15 V	15 V	14 0	15 M	15 S	14 0	15 J <b>S 33</b>	15 D	14 L LAIT SEC 15 M PF5	15 V	15 D
16 M	16 S	16 S	15 L MIR HA	UT / 16 1 S 20	16 D	15 L	16 V		16 M	16 S	1.0   5
17 J S 3	17 D	17 D	16 M BUTYRIO	ONC.		16 M	17 S	16 L ANTIBIO	17 J S 42	17 D	16 L
18 V			17 M	18 S	17 L	17 M	18 D	17 M LIPOLYSE / CREME	18 V		17 M LIPOLYSE
18 S	18 L RETENTAT / BEURRE/ ANTIBIO	18 L PAG	18 J <b>S 1</b>		18 M LIPOLYSE / PF4	18 J <b>S 29</b>		18 M	19 S	18 L FPPC / PAG	18 M
20 D	19 M	19 M LIPOLYSE / PFM C	19 V		19 M	19 V	19 L	19 J <b>S 38</b>	20 D	19 M BUTYRIQUES	19 J <b>S 51</b>
	20 M	20 M	20 S	20 L FPPC /	20 J <b>S 25</b>	20 S	20 M	20 V		20 M	20 V
21 L	21 J S8	21 J <b>S 12</b>	21 D	21 M PLM C	21 V	21 D	21 M	21 S	21 L LACTOSERUM / PHOSPHAT.	21 J <b>S 47</b>	21 S
22 M FLORE BANALE	22 V	22 V		22 M S 21	22 S		22 J <b>S 34</b>	22 D	22 M	22 V	22 D
23 M	23 S	23 S	22 L	23 J	23 D	22 L	23 V		23 <sub>M</sub>	23 S	
24 J <b>S 4</b>	24 D	24 D	23 M LAIT SI	REBIS 24 V		23 <sub>M</sub>	24 S	23 L LAIT HOMO / FPF	24 J S 43	24 D	23 L
25 V			24 M	25 S	24 L	24 <sub>M</sub>	25 D	24 M PFMC	25 <sub>V</sub>		24 M
26 S	25 L SERUM POUDRE / FPF / PHOSPHAT.	25 L LACTOSERUM / ACIDITE	25 J <b>S 1</b>	7 26 D	25 M	25 J S 30		25 M	26 S	25 L SERUM POUDRE/ RETENTAT / LC BREBIS / ANTIBIO	25 M
27 D	26 M	26 M FPM	26 V		26 M	26 <sub>V</sub>	26 L	26 J <b>S 39</b>	27 D	26 M PF4	26 J S 52
	27 M	27 M	27 S	27 L	27 J <b>S 26</b>	27 S	27 M	27 V		27 M	27 V
28 L LAIT HOMO	28 J <b>S 9</b>	28 J <b>S 13</b>	28 D	28 M	28 V	28 D	28 M	28 S	28 L BEURRE / MIR HAUT	28 J <b>S 48</b>	28 S
29 M FPM		29 V		29 M	29 S		29 J <b>S 35</b>	29 D	29 M	29 V	29 D
30 M		30 S	29 L	30 J <b>S 22</b>	30 D	29 L	30 V		30 M	30 S	
31 J <b>S</b> 5		31 D	30 M	31 V		30 M	31 S	30 L	31 J <b>S 44</b>		30 L
						31 M					31 M
EA microbio		ogènes fromage mult			hogènes lait multi-critè		FPM : Fromage à pât			: Moyen infrarouge ga	
		ènes fromage 4 critè ènes fromage 8 critè			ogènes lait 5 critères ogènes lait 4 critères		FPF: Fromage à pâte FPPC: Fromage à pâte			Moyen infrarouge gam C. : Lactosérum conce	
	PF5 : Pathog	ènes fromage 5 critè	res				FFO: Fromage type	fondu	LAIT HOMO:	: Lait homogénéisé	
	PF3 : Pathog	ènes fromage 3 critè	res	EA ANTIBIO	) : Antibiotiques		PHOSPHAT. : Activité	phosphatasique	PAG : Protéi	nes associées à la ges	station

# PHYSICO-CHIMIE

Les essais d'aptitude et critères signalés par \* sont couverts par l'« accréditation n° 1-2473, comparaisons interlaboratoires, portée disponible sur www.cofrac.fr » et portée détaillée disponible sur www.cecalait.fr

#### I – ESSAIS D'APTITUDE SUR LAIT CRU

- Critères et méthodes concernés :
  - ➤ matière grasse par la méthode Gerber : 10 échantillons de taux répartis entre 15 et 49 g/l
  - matière grasse par extraction éthéro-ammoniacale (ou éthéro-chlorhydrique) : 10 échantillons de taux répartis entre 14,5 et 48 g/kg
  - > protéines vraies par la méthode au noir amido : 10 échantillons de taux répartis régulièrement entre 24 et 37 g/l

> azote total et azote non protéique par la méthode Kjeldahl ou méthodes alternatives :

- Azote total : 10 échantillons de taux variant entre 3,5 et 6,5 g N/l
- Azote non protéique : 3 échantillons de lait (NPN environ 0,2 à 0,3 g N/l)
- 1 solution de tryptophane
- 1 solution de glycine

à des concentrations en N équivalentes au lait

- 1 solution de sulfate d'ammonium
- **azote non caséique par la méthode Kjeldahl ou méthodes alternatives** : 5 échantillons de taux variant entre 0,7 et 1,2 g N/l
- ➤ lactose par dosage enzymatique ou toutes autres méthodes : 10 échantillons de taux variant de 46 à 51 g/kg + 1 solution de lactose à une concentration équivalente à celle du lait
- > point de congélation par méthode cryoscopique : 10 échantillons à différents points de congélation variant entre - 0,550 et - 0,480 °C + 2 solutions de NaCl
- ➤ matière sèche (toutes méthodes) : 10 échantillons à différents niveaux de MS variant entre 10,0 et 15,0 g/100 g
- > urée (toutes méthodes sauf infrarouge) : 10 échantillons à différentes teneurs en urée variant entre 100 et 700 mg/l
- > cellules somatiques pour toutes méthodes utilisées par les laboratoires : 10 échantillons de concentrations en cellules variant entre 50 000 et 1 600 000 cellules/ml et 1 échantillon témoin
- Nombre de séries de lait : 1 série de 10 laits commune aux méthodes Gerber et noir amido
  - 1 série de 10 laits commune à la méthode Kjeldahl et à la méthode de dosage de la matière grasse par extraction
  - 1 série de 5 laits spécifique au dosage de l'azote non caséique
  - 1 série de 10 laits commune à la détermination de la matière sèche, au dosage du lactose et aux mesures cryoscopiques
  - 1 série de 10 laits spécifique au dosage de l'urée
  - 1 série de 10 laits spécifique au dosage des cellules somatiques + 1 échantillon témoin
- Conditionnement :
- flacons de polyéthylène de 30 ml avec bouchons à vis munis de joints d'étanchéité pour l'azote non caséique, l'urée et les cellules somatiques ainsi que les solutions,
- flacons de polyéthylène de 65 ml avec bouchons à vis munis de joints d'étanchéité pour tous les autres critères
- Conservation:

échantillons additionnés de Bronopol (0,02 % final et 0,05 % pour les cellules somatiques) (sauf pour les solutions des méthodes Kjeldahl et cryoscopique)

Catalogue des échantillons ACTALIA Cecalait 2019 - Version 2 - page 12/48-

• Envoi : en colis isotherme muni de glace par transporteur express  $\supseteq$  arrivée au jour

J+1 avant 12 h

• Stockage au laboratoire : à 4 (± 2) °C dès réception

• Validité des échantillons : analyses à effectuer dans les 5 jours après la date d'envoi pour les cellules

somatiques et dans les 10 jours pour les autres critères

• Calendrier prévisionnel :

Envoi des échantillons	04/03/2019	03/06/2019	02/09/2019	02/12/2019
Retour des résultats à ACTALIA Cecalait	18/03/2019	17/06/2019	16/09/2019	16/12/2019

#### II - ESSAIS D'APTITUDE SUR LAIT CRU DE BREBIS

• Critères et méthodes concernés :

> matière grasse par la méthode butyrométrique : 6 échantillons de taux répartis entre 60 et 90 g/l > matière grasse par extraction éthéro-ammoniacale (ou éthéro-chlorhydrique) : 6 échantillons de taux répartis entre 58 et 87 g/kg

➤ protéines vraies par la méthode au noir amido : 6 échantillons de taux répartis régulièrement entre 45 et 65 g/l

> azote total et azote non protéique par la méthode Kjeldahl ou méthodes alternatives :

- Azote total : 6 échantillons de taux variant entre 6,5 et 10 g N/l

- Azote non protéique : 3 échantillons de lait (NPN environ 0,2 à 0,3 g N/l)

- 1 solution de tryptophane

- 1 solution de glycine à des concentrations en N équivalentes au lait

- 1 solution de sulfate d'ammonium

**> point de congélation par méthode cryoscopique** : 6 échantillons à différents points de congélation variant entre - 0,550 et - 0,480 °C + 2 solutions de NaCl

➤ matière sèche (toutes méthodes) : 6 échantillons à différents niveaux de MS variant entre 16 et 21 g/100 g

• Nombre de séries de lait : - 1 série de 6 laits commune aux méthodes butyrométrique et noir amido

- 1 série de 6 laits commune à la méthode Kjeldahl et à la méthode de dosage de la matière grasse par extraction

- 1 série de 6 laits commune à la détermination de la matière sèche et aux mesures cryoscopiques

• Conditionnement : - flacons de polyéthylène de 65 ml avec bouchons à vis munis de joints

d'étanchéité

- flacons de polyéthylène de 30 ml avec bouchons à vis munis de joints d'étanchéité pour les solutions de cryoscopie, azote et azote non protéique

• **Conservation :** échantillons additionnés de Bronopol (0,02 % final)

• Envoi : en emballage isotherme muni de glace, par transporteur express  $\supseteq$  arrivée

au jour J+1 avant 12 h

• Stockage au laboratoire : à 4 (± 2) °C dès réception

• Validité des échantillons : analyses à effectuer dans les 10 jours après la date d'envoi

Envoi des échantillons	23/04/2019	25/11/2019
Retour des résultats à ACTALIA Cecalait	03/05/2019	05/12/2019

#### <u>III - ESSAIS D'AP</u>TITUDE ACTIVITE PHOSPHATASIQUE SUR LAIT

• Méthodes concernées : activité phosphatasique par méthode fluorimétrique ou colorimétrique

ou méthodes alternatives quantitatives ou qualitatives

• Nombre d'échantillons : 5 échantillons de lait de valeurs d'activité phosphatasique variant de 150 à

5000 mUI / ml

• Conditionnement : flacons de polyéthylène de 35 ml avec bouchons à vis munis de joints

d'étanchéité

• **Conservation :** échantillons additionnés de Bronopol incolore (0,02 % final)

• Envoi: en carton à température ambiante, par transporteur express  $\supseteq$  arrivée au

jour J+1 avant 12 h

• Stockage au laboratoire : à 4 (± 2) °C dès réception

• Validité des échantillons : analyses à effectuer dans les 7 jours après la date d'envoi

• Calendrier prévisionnel :

Envoi des échantillons	25/02/2019	21/10/2019
Retour des résultats à ACTALIA Cecalait	07/03/2019	31/10/2019

## IV - ESSAIS D'APTITUDE ACIDITE SUR LAIT

• Méthodes concernées: acidité sur lait par méthode colorimétrique ou par titration pH

• Nombre d'échantillons : 5 échantillons de lait de valeurs d'acidité variant de 1.2 à 2.0 mmoles / litre

de lait

• Conditionnement : flacons de polyéthylène de 65 ml avec bouchons à vis munis de joints

d'étanchéité

• **Conservation :** échantillons additionnés de Bronopol incolore (0,02 % final)

• Envoi: en carton à température ambiante, par transporteur express  $\supseteq$  arrivée au

jour J+1 avant 12 h

• Stockage au laboratoire : à 4 (± 2) °C dès réception

• Validité des échantillons : analyses à effectuer dans les 7 jours après la date d'envoi

• Calendrier prévisionnel :

Envoi des échantillons	25/03/2019	14/10/2019
Retour des résultats à ACTALIA Cecalait	04/04/2019	24/10/2019

#### V – ESSAIS D'APTITUDE SUR CREME<sup>†</sup>

• Méthodes concernées : matière grasse par acido-butyrométrie et par extraction, matière

sèche par étuvage

• Nombre d'échantillons : 1 série de 10 échantillons pour une méthode matière grasse et/ou matière

sèche, avec des taux variant de 20 à 45 g MG/100 g et de 27 à 51 g MS/100 g

• Conditionnement : flacons de polyéthylène de 30 ml avec bouchons à vis munis de joints

d'étanchéité

• **Conservation :** échantillons additionnés de Bronopol (0,02 % final)

• Envoi : en colis isotherme muni de glace, par transporteur express  $\supset$  arrivée au jour

J+1 avant 12 h

• Stockage au laboratoire : à 4 (± 2) °C dès réception

• Validité des échantillons : analyses à effectuer dans les 6 jours après la date d'envoi

• Calendrier prévisionnel :

Envoi des échantillons	05/02/2019	14/05/2019	17/09/2019	05/11/2019
Retour des résultats à ACTALIA Cecalait	13/02/2019	22/05/2019	25/09/2019	13/11/2019

#### VI – ESSAIS D'APTITUDE MATIERE GRASSE SUR LAIT HOMOGENEISE

• Méthodes concernées : matière grasse • par extraction et méthodes de routine

• Nombre d'échantillons : une série par méthode de :

- 5 échantillons « écrémés » variant entre 0 et 2,5 g/kg
- 5 échantillons « demi-écrémés » variant entre 12 et 18 g/kg

- 5 échantillons « entiers » variant entre 28 et 35 g/kg

• Conditionnement : flacons de polyéthylène de 65 ml avec bouchons à vis munis de joints

d'étanchéité

• **Conservation :** échantillons additionnés de Bronopol (0,02 % final)

• Envoi : en carton à température ambiante par transporteur express  $\supseteq$  arrivée au jour

J+1 avant 12 h

• Stockage au laboratoire : à 4 (± 2) °C dès réception

• Validité des échantillons : analyses à effectuer dans les 7 jours après la date d'envoi

• Calendrier prévisionnel :

Envoi des échantillons	28/01/2019	20/05/2019	23/09/2019	04/11/2019
Retour des résultats à ACTALIA Cecalait	06/02/2019	29/05/2019	02/10/2019	13/11/2019

#### VII – ESSAIS D'APTITUDE LIPOLYSE SUR LAIT CRU

• Méthodes concernées : lipolyse par méthode BDI • et méthode aux savons de cuivre • (MSC)

• Nombre d'échantillons : 10 échantillons de lait de valeurs en acidité matière grasse variant de 0,25 à

1,2 meq/100 g MG ou de 0,15 à 0,50 meq/litre de lait

• Conditionnement : flacons de polyéthylène de 30 ml (MSC) et 65 ml (BDI) avec bouchons à

vis munis de joints d'étanchéité

• **Conservation :** échantillons pasteurisés, additionnés de Bronopol incolore (0,02 % final)

• Envoi : en colis isotherme muni de glace, par transporteur express  $\supseteq$  arrivée au jour

J+1 avant 12 h

• Stockage au laboratoire : à 4 (± 2) °C dès réception

• Validité des échantillons : analyses à effectuer dans les 4 jours après la date d'envoi

Envoi des échantillons	19/03/2019	18/06/2019	17/09/2019	17/12/2019
Retour des résultats à ACTALIA Cecalait	29/03/2019	28/06/2019	27/09/2019	27/12/2019

#### VIII – ESSAIS D'APTITUDE PHYSICO-CHIMIE SUR FROMAGE

#### A) Fromage type pâte molle

• Critères et méthodes concernés : matière sèche (MS) toutes méthodes, matière grasse (MG) par

extraction et par acido-butyrométrie, azote (N) par Kjeldahl ou par méthodes alternatives et chlorures (Cl) toutes méthodes

• Nombre d'échantillons : 6 échantillons de teneurs variables :

- MS : 34 à 55 g/100 g - N : 2,5 à 4 g/100 g - Cl<sup>-</sup> : 0,8 à 1,3 g/100 g

• Conditionnement : environ 80 g dans des pots de polypropylène de 125 ml fermés avec

opercules inviolables

• Envoi : en colis isotherme muni de glace, par transporteur express  $\supseteq$  arrivée au jour

J+1 avant 12 h

• Stockage au laboratoire : à 4 (± 2) °C dès réception

• Validité des échantillons : analyses à effectuer dans les 6 jours après la date d'envoi

• Calendrier prévisionnel :

Envoi des échantillons	29/01/2019	26/03/2019	01/10/2019
Retour des résultats à ACTALIA Cecalait	05/02/2019	03/04/2019	09/10/2019

#### B) Fromage type pâte fraîche

• Critères et méthodes concernés : matière sèche (MS) toutes méthodes, matière grasse (MG) par extraction et par acido-butyrométrie, azote (N) par Kjeldahl

ou par méthodes alternatives

• Nombre d'échantillons : 6 échantillons de teneurs variables :

- MG : 0,6 à 8 g/100 g - MS : 13 à 20 g/100 g - N : 0,8 à 1,2 g/100 g

• Conditionnement : environ 80 g dans des pots de polypropylène de 125 ml fermés avec

opercules inviolables

• **Conservation :** échantillons additionnés de Bronopol (0,02 % final)

• Envoi : en colis isotherme muni de glace, par transporteur express  $\bigcirc$  arrivée au jour

J+1 avant 12 h

• Stockage au laboratoire : à 4 (± 2) °C dès réception

• Validité des échantillons : analyses à effectuer dans les 6 jours après la date d'envoi

• Calendrier prévisionnel :

Envoi des échantillons	25/02/2019	23/09/2019
Retour des résultats à ACTALIA Cecalait	05/03/2019	01/10/2019

#### C) Fromage type pâte pressée cuite râpée

• Critères et méthodes concernés : matière sèche (MS) toutes méthodes, matière grasse (MG) par

extraction et par acido-butyrométrie, azote (N) par Kjeldahl ou par méthodes alternatives, calcium (Ca<sup>2+</sup>) et chlorures (Cl

) toutes méthodes

• Nombre d'échantillons : 6 échantillons de teneurs variables :

- MG : 15 à 35 g/100 g - N ;<sub>2</sub>3,5 à 5 g/100 g - Cl<sup>-</sup> : 0,2 à 1,2 g/100 g

 $- \text{Ca}^{2+} : 0.6 \text{ à } 1.1 \text{ g}/100 \text{ g}$ 

• Conditionnement : en sachets de polyéthylène de 70 à 80 g sous vide partiel

Catalogue des échantillons ACTALIA Cecalait 2019 – Version 2 - page 16/48-

• Envoi: en colis isotherme muni de glace, par transporteur express  $\supset$  arrivée au jour

J+1 avant 12 h

• Stockage au laboratoire : à 4 (± 2) °C dès réception

• Validité des échantillons : analyses à effectuer dans les 6 jours après la date d'envoi

• Calendrier prévisionnel :

Envoi des échantillons	20/05/2019	18/11/2019
Retour des résultats à ACTALIA Cecalait	28/05/2019	26/11/2019

#### D) Fromage type fondu

• Critères et méthodes concernés : matière sèche (MS) toutes méthodes, matière grasse (MG) par

extraction et par acido-butyrométrie, azote (N) par Kjeldahl ou par méthodes alternatives, chlorures (Cl<sup>-</sup>) toutes méthodes et pH

toutes méthodes

• Nombre d'échantillons : 6 échantillons de teneurs variables :

- MS: 30 à 42 g/100 g - MG: 1 à 25 g/100 g - N: 2,5 à 4 g/100 g - Cl<sup>-</sup>: 0,8 à 1,3 g/100 g - pH: 5,4 à 5,7 unités

• Conditionnement : environ 80 g dans des pots de polypropylène de 125 ml fermés avec

opercules inviolables

• Envoi : en emballage isotherme muni de glace, par transporteur express  $\supset$  arrivée

au jour J+1 avant 12 h

• Stockage au laboratoire : à 4 (± 2) °C dès réception

• Validité des échantillons : analyses à effectuer dans les 6 jours après la date d'envoi

• Calendrier prévisionnel :

Envoi des échantillons	01/04/2019	07/10/2019
Retour des résultats à ACTALIA Cecalait	09/04/2019	15/10/2019

#### IX – ESSAIS D'APTITUDE SUR LAIT SEC

• Critères et méthodes concernés : teneur en humidité \* toutes méthodes, matière grasse \* (MG) par extraction et par acido-butyrométrie, azote \* (N) par Kjeldahl,

lactose toutes méthodes

• Nombre d'échantillons : 6 échantillons de teneurs variables :

- humidité : 2,5 à 5 g/100 g - MG : 0,5 à 30 g/100 g - N : 4 à 6 g/100 g - lactose : 35 à 55 g/100 g

• **Conditionnement :** en sachets aluminium de 50 g sous vide

• Envoi : en carton à température ambiante, par transporteur express  $\supseteq$  arrivée au

jour J+1 avant 12 h

• Stockage au laboratoire : à température ambiante.

• Validité des échantillons : analyses à effectuer dans les 7 jours après la date d'envoi

Envoi des échantillons	23/04/2019	14/10/2019
Retour des résultats à ACTALIA Cecalait	02/05/2019	23/10/2019

#### X – ESSAIS D'APTITUDE SUR BEURRE

• Critères et méthodes concernés : teneur en eau toutes méthodes, matière sèche non grasse

(MSNG), matière grasse (MG) par calcul ou par extraction, acidité de la matière grasse toutes méthodes, et pH toutes

méthodes

• Nombre d'échantillons : > 5 échantillons de teneurs variables :

- eau : 15 à 60 g/100 g - MSNG : 1,5 à 5 g/100 g - MG : 35 à 85 g/100 g

- acidité de la MG: 0,5 à 1 meq/100 g

- pH : 4,9 à 6,0 unités

➤ 1 échantillon témoin spécifique au critère acidité de la matière grasse

• **Conditionnement :** - en barquette de 250 g

- en flacon de polyéthylène de 10 g avec bouchon à vis muni de joint d'étanchéité pour l'échantillon témoin spécifique au critère acidité de la

matière grasse

• Envoi : en colis isotherme muni de glace, par transporteur express  $\supseteq$  arrivée au jour

J+1 avant 12 h

• Stockage au laboratoire : à 4 (± 2) °C dès réception

• Validité des échantillons : analyses à effectuer dans les 7 jours après la date d'envoi

• Calendrier prévisionnel :

Envoi des échantillons	18/02/2019	28/10/2019
Retour des résultats à ACTALIA Cecalait	27/02/2019	06/11/2019

#### XI – ESSAIS D'APTITUDE SUR LACTOSERUM

• Critères et méthodes concernés : teneur en matière sèche toutes méthodes, matière grasse (MG)

par extraction et par acido-butyrométrie, et azote total par Kjeldahl ou par méthodes alternatives

• Nombre d'échantillons : 5 échantillons de teneurs variables :

- matière sèche : 50 à 70 g/kg

- MG : 0 à 1 g/100 g - azote : 0,5 à 1,5 g/kg

• Conditionnement : flacons de polyéthylène de 125 ml avec bouchons à vis munis de joints

d'étanchéité

• **Conservation :** échantillons additionnés de Bronopol (0,02 % final)

• Envoi : en colis isotherme muni de glace, par transporteur express  $\Im$  arrivée au jour

J+1 avant 12 h

• Stockage au laboratoire : à 4 (± 2) °C dès réception

• Validité des échantillons : analyses à effectuer dans les 6 jours après la date d'envoi

Envoi des échantillons	25/03/2019	21/10/2019
Retour des résultats à ACTALIA Cecalait	02/04/2019	29/10/2019

#### XII - ESSAIS D'APTITUDE SUR LACTOSERUM CONCENTRE

• Critères et méthodes concernés : teneur en matière sèche toutes méthodes, matière grasse (MG)

par extraction et par acido-butyrométrie, et azote total par Kjeldahl ou par méthodes alternatives

• Nombre d'échantillons : 5 échantillons de teneurs variables :

- matière sèche : 250 à 350 g/kg

- MG : 0,2 à 1 g/100 g - azote : 0,5 à 1 g/100 g

• Conditionnement : flacons de polyéthylène de 65 ml avec bouchons à vis munis de joints

d'étanchéité

• **Conservation :** échantillons additionnés de Bronopol (0,02 % final)

• Envoi : en emballage isotherme muni de glace, par transporteur express  $\supset$  arrivée

au jour J+1 avant 12 h

• Stockage au laboratoire : à 4 (± 2) °C dès réception

• Validité des échantillons : analyses à effectuer dans les 6 jours après la date d'envoi

• Calendrier prévisionnel :

Envoi des échantillons	15/04/2019	09/12/2019
Retour des résultats à ACTALIA Cecalait	25/04/2019	19/12/2019

#### XIII - ESSAIS D'APTITUDE SUR LACTOSERUM EN POUDRE

• Critères et méthodes concernés : teneur en humidité toutes méthodes, matière grasse (MG) par extraction et par acido-butyrométrie, azote (N) par Kjeldahl, lactose toutes méthodes

1400000 104000 11101110400

• Nombre d'échantillons : 6 échantillons de teneurs variables :

- humidité : 1 à 5 g/100 g - MG : 0,5 à 2,5 g/100 g - N : 1,5 à 5 g/100 g - lactose : 60 à 85 g/100 g

• **Conditionnement :** en sachets aluminium de 50 g sous vide

• Envoi : en carton à température ambiante par transporteur express  $\supset$  arrivée au jour

J+1 avant 12 h

• Stockage au laboratoire : à température ambiante.

• Validité des échantillons : analyses à effectuer dans les 7 jours après la date d'envoi

• Calendrier prévisionnel :

Envoi des échantillons	25/02/2019	25/11/2019
Retour des résultats à ACTALIA Cecalait	07/03/2019	05/12/2019

#### XIV – ESS<mark>AIS D'APTITUDE RETENTAT</mark>

• Critères et méthodes concernés : teneur en matière sèche toutes méthodes et azote total par Kjeldahl ou par méthodes alternatives

• Nombre d'échantillons : 5 échantillons de teneurs variables :

- matière sèche : 11 à 16 g/100 g

- azote total : 9 à 16 g N/kg

• Conditionnement : flacons de polyéthylène de 30 ml avec bouchons à vis munis de joints

d'étanchéité

• **Conservation :** échantillons additionnés de Bronopol (0,02 % final)

• Envoi : en emballage isotherme muni de glace, par transporteur express  $\supset$  arrivée

au jour J+1 avant 12 h

• Stockage au laboratoire : à 4 (± 2) °C dès réception

• Validité des échantillons : analyses à effectuer dans les 7 jours après la date d'envoi

• Calendrier prévisionnel :

Envoi des échantillons	18/02/2019	25/11/2019
Retour des résultats à ACTALIA Cecalait	27/02/2019	04/12/2019

#### XV – ESSAIS D'APTITUDE SPECTROMETRIE MOYEN INFRAROUGE (MIR) GAMME MEDIANE OU GAMME HAUTE

• Appareils concernés: tous les appareils basés sur les principes décrits dans la norme ISO

9622|FIL 141 (appareils à filtres, FTIR)

• Critères concernés : taux de matière grasse, matière protéique, lactose, matière sèche

• Nombre d'échantillons : 13 échantillons de lait cru de teneurs réparties entre :

**>** Gamme médiane : OU **>** Gamme haute :

- 20 et 56 g matière grasse/l
- 22 et 42 g protéines/l
- 46 et 60 g lactose/l
- 46 et 60 g lactose/l
- 60 et 90 g matière grasse/l
- 45 et 65 g protéines/l
- 46 et 60 g lactose/l

- 100 et 150 g matière sèche/l - 160 et 220 g matière sèche/l

• Conditionnement : en flacons de polyéthylène de 65 ml munis de bouchons à vis avec joints

d'étanchéité

• **Conservation :** échantillons additionnés de Bronopol (0,02 % final)

• Envoi : en carton à température ambiante, par transporteur express arrivée au

jour J+1 avant 12 h

• Stockage au laboratoire : à 4 (± 2) °C dès réception

• Validité des échantillons : analyses à effectuer dans les 7 jours après la date d'envoi

• Calendrier prévisionnel gamme médiane :

Envoi des échantillons	11/02/2019	06/05/2019	09/09/2019	09/12/2019
Retour des résultats à ACTALIA Cecalait	21/02/2019	16/05/2019	19/09/2019	19/12/2019

#### • Calendrier prévisionnel gamme haute :

Envoi des échantillons	15/04/2019	28/10/2019
Retour des résultats à ACTALIA Cecalait	25/04/2019	07/11/2019

#### XVI - ESSAIS D'APTITUDE RECHERCHE DES PROTEINES ASSOCIEES A LA GESTATION (PAG) DANS LE LAIT

• Méthodes concernées : teneur en protéines associées à la gestation (PAG) par méthodes

commerciales de détection

• Nombre d'échantillons : 12 échantillons de laits (incluant des échantillons négatifs et positifs à

différents niveaux)

• **Conditionnement :** en tube plastique de 2 ml

• **Conservation :** échantillons additionnés de Bronopol 0.02 %

• Envoi : en emballage isotherme muni de glace, par transporteur express  $\supset$  arrivée

au jour J+1 avant 12h

• Stockage au laboratoire : à 4 °C dès réception. Analyses à effectuer dans les 10 jours après la date

d'envoi

• Calendrier prévisionnel :

Envoi des échantillons	18/03/2019	18/11/2019
Retour des résultats à ACTALIA Cecalait	28/03/2019	28/11/2019

#### XVII - ESSAIS D'APTITUDE ACETONE-BHB PAR INFRAROUGE

• Critères et méthodes concernés : acétone et BHB par méthode infrarouge

• Nombre d'échantillons : - 1 série de 10 échantillons de lait présentant des valeurs en acétone

comprises entre 0,10 et 0,40 mmoles/litre

- 1 série de 10 échantillons de lait présentant des valeurs en BHB comprises

entre 0,10 et 0,30 mmoles/litre

• Conditionnement : en flacons de polyéthylène de 35 ml munis de bouchons à vis avec joints

d'étanchéité

• **Conservation :** échantillons additionnés de Bronopol 0.03 %

• Envoi : en emballage isotherme muni de glace, par transporteur express  $\supseteq$  arrivée

au jour J+1 avant 12h

• Stockage au laboratoire : à 4 °C dès réception. Analyses à effectuer dans les 4 jours après la date

d'envoi

Envoi des échantillons	04/03/2019	02/09/2019
Retour des résultats à ACTALIA Cecalait	14/03/2019	12/09/2019

# **MICROBIOLOGIE**

Les essais d'aptitude et critères signalés par \* sont couverts par l'« accréditation n° 1-2473, comparaisons interlaboratoires, portée disponible sur <a href="www.cofrac.fr">www.cofrac.fr</a> » et portée détaillée disponible sur <a href="www.cofrac.fr">www.cofrac.fr</a> » et portée detaillée disponible sur

#### I – ESSAIS D'APTITUDE FLORE BANALE SUR LAIT CRU<sup>•</sup>

• Critères concernés : microorganismes à 30 °C , coliformes à 30 °C et entérobactéries

• Méthodes concernées : toutes méthodes utilisées par les laboratoires

• Nombre d'échantillons : > 10 échantillons de contaminations variant entre :

- 10 000 et 300 000 germes à 30 °C/ml
- 0 et 50 000 coliformes à 30 °C/ml
- 0 et 50 000 entérobactéries/ml

➤ 1 flacon d'eau pour contrôler la température à réception

• Conditionnement : flacons de 30 ml, fermés à l'aide de bouchons vissés munis de joints

d'étanchéité

• Conservation: froid positif associé à un mélange bactériostatique empêchant tout

développement de la flore dans le lait, mais perdant son effet à la dilution

**ATTENTION**, dans le cas de l'utilisation de milieu prêt à l'emploi réhydratable, il y a inhibition de croissance à la dilution 0. Il ne sera pas nécessaire de l'ensemencer.

• Envoi : en colis isotherme muni de glace, par transporteur express  $\Im$  arrivée au jour

J+1 avant 10 h

• Stockage au laboratoire : à 3 (± 2) °C dès réception

• Validité des échantillons : analyses à effectuer dans les 3 jours après la date d'envoi

• Calendrier prévisionnel :

Envoi des échantillons	22/01/2019	05/03/2019	09/04/2019	04/06/2019	03/09/2019	03/12/2019
Retour des résultats à	01/02/2010	15/02/2010	19/04/2019	14/06/2010	12/00/2010	12/12/2010
ACTALIA Cecalait	01/02/2019	13/03/2019	19/04/2019	14/00/2019	13/09/2019	13/12/2019

#### II – ESSAIS D'APTITUDE FLORE PATHOGENE

Nous proposons pour les deux matrices lait et fromage des essais sur la **numération** de Listeria monocytogenes qu'il ne faut pas confondre avec les essais sur la **recherche** de Listeria. Les essais sur la recherche de Salmonella ne concernent pas Salmonella Typhi et Paratyphi.

Pour les ASR, Clostridium perfringens et Bacillus cereus, il s'agit de la numération des formes non sporulées. L'analyse doit être réalisée avec ou sans traitement thermique selon les essais d'aptitude.

#### FLORE PATHOGENE DANS LE LAIT

	Formule multi- critères*	Formule 5 critères	Formule 4 critères
Listeria spp. (numération)			X
Listeria monocytogenes (numération)			X
Listeria (recherche)	X	X	
Salmonella (recherche)	X	X	X
Staphylocoques à coagulase positive (numération)	X	X	
Escherichia coli (numération)	X	X	
Entérobactéries (numération)			X
Anaérobies sulfito-réducteurs (numération)	X		
Clostridium perfringens (numération)	X		
Bacillus cereus (numération)	X	X	
Dates d'envoi	21/05/2019	12/02/2019 08/10/2019	10/12/2019

XXX: échantillons dissociés des autres échantillons

#### 1) Formule multi-critères

- recherche de *Listeria* et *Salmonella*, • Critères concernés :

- numération des Staphylocogues à coagulase positive, des Escherichia coli, des Bacillus cereus, des Clostridium perfringens et des anaérobies sulfito-réducteurs

 Méthodes concernées : toutes méthodes utilisées par les laboratoires

• Nombre d'échantillons : ➤ 5 échantillons pour les recherches de :

> - Listeria dans 25 ml de lait et identification de l'espèce, dont Listeria monocytogenes

- Salmonella dans 25 ml de lait

> 5 échantillons de contaminations variant entre :

- 0 et 10 000 Staphylocoques à coagulase positive/ml

- 0 et 100 000 Escherichia coli/ml

- 0 et 1 000 Clostridium perfringens (sans thermisation)/ml

- 0 et 1 000 anaérobies sulfito-réducteurs (sans thermisation)/ml

> 5 échantillons de contaminations variant entre :

- 0 et 10 000 Bacillus cereus (sans thermisation)/ml

➤ 1 flacon d'eau pour contrôler la température à réception

• Conditionnement : - flacons de 60 ml pour la recherche de *Listeria* et *Salmonella*,

- flacons de 30 ml pour la numération des Staphylocoques, Escherichia coli,

Clostridium perfringens et anaérobies sulfito-réducteurs,

- flacons de 30 ml pour la numération de *Bacillus cereus*, fermés à l'aide de bouchons vissés munis de joints d'étanchéité

froid positif associé à un mélange bactériostatique empêchant tout • Conservation :

développement de la flore dans le lait, mais perdant son effet à la dilution

**ATTENTION**, dans le cas de l'utilisation de milieu prêt à l'emploi réhydratable, il y a inhibition de croissance à la dilution 0. Il ne sera pas nécessaire de l'ensemencer

en emballage secondaire (biohazard) certifié IATA, en colis isotherme muni • Envoi:

de glace, par transporteur express ⊃ arrivée au jour J+1 avant 10 h

• Stockage au laboratoire : à 3 (± 2) °C dès réception

• Validité des échantillons : analyses à effectuer dans les 3 jours après la date d'envoi

• Calendrier prévisionnel :

Envoi des échantillons	21/05/2019
Retour des résultats à ACTALIA Cecalait	04/06/2019

#### 2) Formule 5 critères

• Critères concernés :

recherche de Listeria et Salmonella,
numération des Staphylocoques à coagulase positive, Escherichia

coli et des Bacillus cereus

• Méthodes concernées : toutes méthodes utilisées par les laboratoires

• Nombre d'échantillons : ➤ 5 échantillons pour les recherches de :

- Listeria dans 25 ml de lait et identification de l'espèce, dont Listeria

monocytogenes

- Salmonella dans 25 ml de lait

> 5 échantillons de contaminations variant entre :

- 0 et 10 000 Staphylocoques à coagulase positive/ml

- 0 et 100 000 Escherichia coli/ml

> 5 échantillons de contaminations variant entre :

- 0 et 10 000 Bacillus cereus (sans thermisation)/ml

> 1 flacon d'eau pour contrôler la température à réception

- flacons de 60 ml pour la recherche de *Listeria* et *Salmonella*, • Conditionnement :

- flacons de 30 ml pour la numération des Staphylocoques et Escherichia

coli,

- flacons de 30 ml pour la numération de *Bacillus cereus*,

fermés à l'aide de bouchons vissés munis de joints d'étanchéité

froid positif associé à un mélange bactériostatique empêchant tout • Conservation :

développement de la flore dans le lait, mais **perdant son effet à la dilution** 

**ATTENTION**, dans le cas de l'utilisation de milieu prêt à l'emploi réhydratable, il y a inhibition de

croissance à la dilution 0. Il ne sera pas nécessaire de l'ensemencer

en emballage secondaire (biohazard) certifié IATA, en colis isotherme muni • Envoi:

de glace, par transporteur express ⊃ arrivée au jour J+1 avant 10 h

• Stockage au laboratoire : à 3 (± 2) °C dès réception

• Validité des échantillons : analyses à effectuer dans les 3 jours après la date d'envoi

• Calendrier prévisionnel :

Envoi des échantillons	12/02/2019	08/10/2019
Retour des résultats à ACTALIA Cecalait	26/02/2019	22/10/2019

#### 3) Formule 4 critères

numération de Listeria spp., numération de Listeria monocytogenes, • Critères concernés :

recherche de Salmonella et numération des entérobactéries (à faible

taux)

• Méthodes concernées : pour Listeria et Salmonella : toutes méthodes utilisées par les laboratoires.

Pour les entérobactéries : une méthode NPP est recommandée. Pour les numérations sur boîtes, ne pas utiliser de milieu prêt à l'emploi réhydratable

• Nombre d'échantillons : > 5 échantillons de contaminations variant entre 0 et 10 000 *Listeria* /ml

➤ 5 échantillons pour la recherche de Salmonella dans 25 ml de lait

> 5 échantillons de contaminations variant entre 0 et 100 entérobactéries/ml

➤ 1 flacon d'eau pour contrôler la température à réception

• Conditionnement : - flacons de 30 ml pour la numération de Listeria spp. dont Listeria

monocytogenes et/ou numération de Listeria monocytogenes,

- flacons de 30 ml pour la numération des entérobactéries,

- flacons de 60 ml pour la recherche de Salmonella,

fermés à l'aide de bouchons vissés munis de joints d'étanchéité

• Conservation: froid positif associé à un mélange bactériostatique empêchant tout

développement de la flore dans le lait, mais perdant son effet à la dilution

**ATTENTION**, dans le cas de l'utilisation de milieu prêt à l'emploi réhydratable, il y a inhibition de croissance à la dilution 0. Donc ne pas utiliser ce type de milieu pour les entérobactéries.

• Envoi : emballage secondaire (biohazard) certifié IATA, en colis isotherme muni de

glace, par transporteur express ⊃ arrivée au jour J+1 avant 10 h

• Stockage au laboratoire : à 3 (± 2) °C dès réception

• Validité des échantillons : analyses à effectuer dans les 3 jours après la date d'envoi

• Calendrier prévisionnel :

Envoi des échantillons	10/12/2019
Retour des résultats à ACTALIA Cecalait	24/12/2019

#### B) FLORE PATHOGENE DANS LE FROMAGE

	Formule multi- critères	Formule 4 critères	Formule 8 critères	Formule 5 critères	Formule 3 critères
Listeria spp. (numération)					X
Listeria monocytogenes (numération)					X
Listeria (recherche)	X	X			X
Salmonella (recherche)	X	X	X		
Staphylocoques à coagulase positive (numération)	X	X	X	X	
Escherichia coli (numération)	X	X	X	X	
Microorganismes à 30 °C (numération)	X		X	X	
Entérobactéries (numération)	X		X		
Anaérobies sulfito-réducteurs (numération)	X		X	X	
Clostridium perfringens (numération)	X		X	X	
Bacillus cereus (numération)	X		X		
Dates d'envoi	19/03/2019 24/09/2019	18/06/2019 26/11/2019	15/01/2019	15/10/2019	02/04/2019

#### 1) Formule multi-critères

• Critères concernés :

- recherche de *Listeria* et *Salmonella*, - numération des Staphylocoques à coagulase positive, des *Escherichia* coli, des microorganismes à 30 °C, des entérobactéries, des anaérobies sulfito-réducteurs, des Clostridium perfringens et des

Bacillus cereus

• Méthodes concernées : toutes méthodes utilisées par les laboratoires

• Nombre d'échantillons : > 5 échantillons de contaminations entre :

- absence ou présence de Listeria dans 25 g de fromage et identification de

l'espèce, dont Listeria monocytogenes

- absence ou présence de Salmonella dans 25 g de fromage

- 0 et 10 000 Staphylocoques à coagulase positive/g

- 0 et 100 000 Escherichia coli/g

- 10 000 et 500 000 microorganismes à 30 °C/g

- 0 et 100 000 entérobactéries/g

- 0 et 1 000 anaérobies sulfito-réducteurs (sans thermisation)/g

- 0 et 1 000 Clostridium perfringens (sans thermisation)/g

- 0 et 10 000 Bacillus cereus (sans thermisation)/g

➤ 1 flacon d'eau pour contrôler la température à réception

• Conditionnement : environ 100 g dans des pots de sécurité stériles de 125 ml, bouchés avec des

opercules inviolables

froid positif associé à un mélange bactériostatique empêchant tout • Conservation :

développement de la flore dans le fromage, mais perdant son effet à la

dilution

• Envoi: en emballage secondaire (biohazard) certifié IATA, en colis isotherme muni

de glace, par transporteur express ⊃ arrivée au jour J+1 avant 10 h

• Stockage au laboratoire : à 3 (± 2) °C dès réception

• Validité des échantillons : analyses à effectuer dans les 3 jours après la date d'envoi

• Calendrier prévisionnel :

Envoi des échantillons	19/03/2019	24/09/2019
Retour des résultats à ACTALIA Cecalait	02/04/2019	04/10/2019

#### 2) Formule 4 critères

recherche de *Listeria* \* et *Salmonella* \*, numération des Staphylocoques à • Critères concernés :

coagulase positive et Escherichia coli

• Méthodes concernées : toutes méthodes utilisées par les laboratoires

• Nombre d'échantillons : ➤ 5 échantillons de contaminations entre :

- absence ou présence de Listeria dans 25 g de fromage et identification de

l'espèce, dont Listeria monocytogenes

- absence ou présence de Salmonella dans 25 g de fromage

- 0 et 10 000 Staphylocoques à coagulase positive/g

- 0 et 100 000 Escherichia coli/g

➤ 1 flacon d'eau pour contrôler la température à réception

• Conditionnement : environ 100 g dans des pots de sécurité stériles de 125 ml, bouchés avec des

opercules inviolables

• Conservation : froid positif associé à un mélange bactériostatique empêchant tout

développement de la flore dans le fromage, mais perdant son effet à la

dilution

• Envoi: en emballage secondaire (biohazard) certifié IATA, en colis isotherme muni

de glace, par transporteur express  $\supseteq$  arrivée au jour J+1 avant 10 h

• Stockage au laboratoire : à 3 (± 2) °C dès réception

• Validité des échantillons : analyses à effectuer dans les 3 jours après la date d'envoi

• Calendrier prévisionnel :

Envoi des échantillons	18/06/2019	26/11/2019
Retour des résultats à ACTALIA Cecalait	02/07/2019	10/12/2019

#### 3) Formule 8 critères

• Critères concernés : - recherche de Salmonella,

- numération des Staphylocoques à coagulase positive, des *Escherichia coli*, des microrganismes à 30 °C, des entérobactéries, des anaérobies sulfito-réducteurs, des *Clostridium perfringens* et des *Bacillus cereus* 

• Méthodes concernées : toutes méthodes utilisées par les laboratoires

• Nombre d'échantillons : > 5 échantillons pour la recherche de :

- Salmonella dans 25 g de fromage

➤ 5 échantillons de contaminations variant entre : - 0 et 10 000 Staphylocoques à coagulase positive/g

- 0 et 100 000 Escherichia coli/g

- 10 000 et 500 000 microorganismes à 30 °C/g

- 0 et 100 000 entérobactéries/g

- 0 et 1 000 anaérobies sulfito-réducteurs (sans thermisation)/g
- 0 et 1 000 *Clostridium perfringens* (sans thermisation)/g

- 0 et 10 000 Bacillus cereus (sans thermisation)/g

➤ 1 flacon d'eau pour contrôler la température à réception

• Conditionnement : environ 100 g dans des pots de sécurité stériles de 125 ml, bouchés avec des

opercules inviolables

• Conservation: froid positif associé à un mélange bactériostatique empêchant tout

développement de la flore dans le fromage, mais perdant son effet à la

dilution

• Envoi : en emballage secondaire (biohazard) certifié IATA, en colis isotherme muni

de glace, par transporteur express arrivée au jour J+1 avant 10 h

• Stockage au laboratoire : à 3 (± 2) °C dès réception

• Validité des échantillons : analyses à effectuer dans les 3 jours après la date d'envoi

• Calendrier prévisionnel :

Envoi des échantillons	15/01/2019
Retour des résultats à ACTALIA Cecalait	29/01/2019

#### 4) Formule 5 critères

• Critères concernés : - numération des Staphylocoques à coagulase positive, des Escherichia

coli, des microorganismes à 30 °C, des anaérobies sulfito-réducteurs et

des Clostridium perfringens

• Méthodes concernées : toutes méthodes utilisées par les laboratoires

• **Nombre d'échantillons :** > 5 échantillons de contaminations entre :

- 0 et 10 000 Staphylocoques à coagulase positive/g

- 0 et 100 000 Escherichia coli/g

- 10 000 et 500 000 microorganismes à 30 °C/g

- 0 et 1 000 anaérobies sulfito-réducteurs (avec thermisation)/g

- 0 et 1 000 Clostridium perfringens (avec thermisation)/g

➤ 1 flacon d'eau pour contrôler la température à réception

• Conditionnement : environ 100 g dans des pots de sécurité stériles de 125 ml, bouchés avec des

opercules inviolables

• Conservation: froid positif associé à un mélange bactériostatique empêchant tout

développement de la flore dans le fromage, mais perdant son effet à la

dilution

• Envoi : en emballage secondaire (biohazard) certifié IATA, en colis isotherme muni

de glace, par transporteur express ⊃ arrivée au jour J+1 avant 10 h

• Stockage au laboratoire : à 3 (± 2) °C dès réception

• Validité des échantillons : analyses à effectuer dans les 3 jours après la date d'envoi

• Calendrier prévisionnel :

Envoi des échantillons	15/10/2019
Retour des résultats à ACTALIA Cecalait	29/10/2019

#### 5) Formule 3 critères

• Critères concernés : numération de Listeria spp., numération de Listeria monocytogenes et

recherche de *Listeria* 

• Méthodes concernées : toutes méthodes utilisées par les laboratoires

• Nombre d'échantillons : > 5 échantillons de contaminations variant entre 0 et 10 000 *Listeria*/g

➤ 5 échantillons pour la recherche de *Listeria* dans 25 g de fromage et

identification de l'espèce, dont *Listeria monocytogenes*1 flacon d'eau pour contrôler la température à réception

• Conditionnement : échantillons d'environ 100 g dans des pots de sécurité stériles de 125 ml,

bouchés avec des opercules inviolables

• Conservation: froid positif associé à un mélange bactériostatique empêchant tout

développement de la flore dans le fromage, mais perdant son effet à la

dilution

• Envoi : emballage secondaire (biohazard) certifié IATA, en colis isotherme muni de

glace, par transporteur express ⊃ arrivée au jour J+1 avant 10 h

• Stockage au laboratoire : à 3 (± 2) °C dès réception

• Validité des échantillons : analyses à effectuer dans les 3 jours après la date d'envoi

• Calendrier prévisionnel :

Envoi des échantillons	02/04/2019
Retour des résultats à ACTALIA Cecalait	16/04/2019

#### III – ESSAI D'APTITUDE DENOMBREMENT DES SPORES BUTYRIQUES DANS LE LAIT CRU

• Méthodes concernées : toutes méthodes utilisées par les laboratoires, une méthode NPP est

recommandée

• Nombre d'échantillons : > 10 échantillons de contamination variant entre 0 et 10 000 spores/l

➤ 1 flacon d'eau pour contrôler la température à réception

• Conditionnement : flacons stériles de 60 ml, fermés à l'aide de bouchons vissés munis de joints

d'étanchéité

• **Conservation :** en froid positif, échantillons sans conservateur

• Envoi : en colis isotherme muni de glace, par transporteur express  $\supseteq$  arrivée au jour

J+1 avant 10 h

• Stockage au laboratoire : à 3 (± 2) °C dès réception

• Validité des échantillons : analyses à effectuer dans les 3 jours après la date d'envoi

Envoi des échantillons	08/01/2019	16/04/2019	01/10/2019	19/11/2019
Retour des résultats à ACTALIA Cecalait	22/01/2019	30/04/2019	15/10/2019	03/12/2019

# **ANTIBIOTIQUES**

#### ESSAIS D'APTITUDE DETECTION DES ANTIBIOTIQUES DANS LE LAIT

• Méthodes concernées: toutes méthodes utilisées par les laboratoires et en particulier les tests

d'acidification pour la détection de tous les antibiotiques et/ou les tests plus spécifiques pour la recherche de familles d'antibiotiques dont les  $\beta$ -lactames

ou les tétracyclines

• Nombre d'échantillons : 10 échantillons lyophilisés contenant ou non des antibiotiques de différentes

familles et à des taux différents, à reconstituer avec 5 ml d'eau selon le

protocole fourni

• **Conservation :** - non reconstitué : à 3 (± 2) °C

- après reconstitution : à 3 (± 2) °C et à utiliser dans la journée ; la

congélation des échantillons est possible

• Conditionnement : flacons en verre de 10 ml, munis d'un bouchon et d'une capsule métallique

déchirable

• Envoi : en colis isotherme muni de glace, par transporteur express  $\supset$  arrivée au jour

J + 1 avant 12 h

• Stockage au laboratoire : à 3 (± 2) °C dès réception

• Validité des échantillons : analyses à effectuer dans les 9 jours après la date d'envoi

Envoi des échantillons	18/02/2019	13/05/2019	16/09/2019	25/11/2019
Retour des résultats à ACTALIA Cecalait	28/02/2019	23/05/2019	26/09/2019	05/12/2019

# ECHANTILLONS A TENEUR GARANTIE (ETG)

## - Informations générales -

#### 1) Nature et nombre des échantillons

ACTALIA Cecalait propose aux laboratoires des matériaux de référence (échantillons à teneurs garanties), soit pour étalonner et/ou ajuster les analyseurs soit pour contrôler une méthode. La nature et le nombre des échantillons ont été définis afin de répondre à l'objectif recherché.

#### 2) Contrôle qualité

L'homogénéité et la stabilité des échantillons ont été testées et validées lors de l'étude de mise au point de chaque type d'ETG. De plus, certains d'entre eux sont contrôlés systématiquement.

#### 3) Détermination des valeurs de référence

Les valeurs de référence sont en général déterminées et/ou confirmées par un ou plusieurs laboratoires experts, pour la plupart accrédités pour le critère concerné. Ces informations sont précisées dans les fiches de résultats. Les laboratoires experts sont évalués chaque année par le Comité de Surveillance Qualité au vu de leurs performances sur les essais d'aptitude et la prise en compte de leurs résultats pour la détermination des valeurs de référence des ETG.

#### 4) Envoi des échantillons et des valeurs de référence

Les échantillons sont envoyés par transporteur express selon les modalités décrites par type d'ETG dans ce catalogue. Un rapport précisant les valeurs de référence par échantillon (accompagnées dans la majorité des cas de l'incertitude associée) est mis à disposition sur l'espace client du site internet et une information de disponibilité est envoyée par mail à l'adresse fournie par le laboratoire. Le cas échéant, une notice d'utilisation est jointe.

#### 5) Réception et conservation des échantillons

En cas de réception d'un colis cassé, endommagé et/ou reconditionné, merci de nous contacter immédiatement pour vous informer de la marche à suivre en fonction du problème rencontré.

#### D'un point de vue général, les dispositions suivantes s'appliquent pour tous les ETG:

- 1 Durée de conservation : de 2 à 5 semaines après la fabrication. La date limite d'utilisation est mentionnée en clair sur le rapport des valeurs de référence de chaque ETG.
- 2 Stockage : au froid positif à  $4 (\pm 2)$  °C pour la chimie (sauf pour les produits déshydratés à température ambiante) et  $3 (\pm 2)$  °C pour la microbiologie.
- 3 Ne jamais conserver d'échantillon entamé pour une utilisation ultérieure.

2018 CALENDRIER PREVISIONNEL DES ECHANTILLONS A TENEUR GARANTIE - ANNEE 2019																						
						Rappel : Les échantillons à teneur garantie sont envoyés au co					ours de la semaine prévue											
	DECEMBRE	JAN	VVIER	FEVRIER		MARS		AVRIL		MAI		JUIN	JUILLET		AOUT		SEPTEMBRE		OCTOBRE		NOVEMBRE	DECEMBRE
1 S		1 M		1 V	1 V				1 M		1 S			1 J	Stabilité lipo M icroorg 30°C	1	D	1 M	Röse-Gottlieb Gerber / Cryo	1 V		1 D
2 D		2 M		2 S	2 S		1 L		2 J	M atière seche M G brebis Stabilité lipo	2 D		1 L S 27	2 V	E. coli -Staph			2 M	Matière sèche M G brebis	2 S		
		3 J		3 D	3 D		2 M	S 14 Kjeldahl	3 V	Microorg 30°C			2 M Röse-Gottlieb	3 S	3	2	- S 36	3 J	Stabilité lipo Microorg 30°C	3 D		2 L s 49
3 L		4 V					3 M	Röse-Gottlieb Gerber / Cryo	4 S		3 L	S 23	3 M Matière sèche	4 D		3 I	Kjeldahl M Röse-Gottlieb	4 V	E. coli -Staph			3 M Röse-Gottlieb
4 M		5 S		4 L s 6	4 L	S 10	4 J	M atière sèche M G brebis Stabilité lipo	5 D		4 M		M G brebis  4 J Stabilité lipo Microorg 30°C			4 1		5 S		4 L		Gerber / Cryo 4 M atière sèche
5 M	S 49	6 D		5 M Röse-Gottlieb	5 M		5 V	Microorg 30°C E. coli- Staph			5 M	Gerber / Cryo Matière sèche	5 V E. coli- Staph	5 L		5	M G brebis J Stabilité lipo Microorg 30°C	6 D		5 M	S 45 Fromage	M G brebis 5 J Stabilité lipo
6 J				6 M Matière sèche	6 M	Gerber / Cryo Matière sèche	6 S	·	6 L	S 19	6 J	** ! 0000	6 S	6 N	S 32 Fromage	6	E. coli- Staph			6 M	Beurre Lait sec	Microorg 30°C 6 ∨ E. coli- Staph
7 V			S 2	7 J Stabilité lipo	7 J		7 D		7 M	Fromage Beurre	7 V	E. coli- Staph	7 D	7 N	Beurre Lait sec	7 :	3	7 L		7 J	Lacto. sec Acétone/BHB	7 S
8 S		8 M Röse-	eldahl -Gottlieb	8 V E. coli- Staph	8 V	Microorg 30°C <i>E. coli</i> -Staph			8 M		8 S			8 J	Lacto. Sec Acétone/BHB	8 1	D	8 M	S 41 Fromage	8 V	1	8 D
9 D		9 M Matiè	er / Cryo re sèche	9 S	9 S		8 L		9 J	Lait sec	9 D		8 L	9 V	/			9 M	Beurre Lait sec	9 S		
		10 J Stabi	brebis ilité lipo	10 D	10 D		9 M	S 15 Fromage	10 V	Lacto. Sec Acétone/BHB			9 M S 28 Fromage	10 S	3	9	-	10 J	Lacto. Sec Acétone/BHB	10 D		9 L
10 L		11 V E. col	org 30°C li-Staph				10 M	Beurre Lait sec	11 S		10 L		10 M Beurre Lait sec	11 D		10	M S 37	11 V				10 M S 50
11 M 12 M		12 S		11 L	11 L		11 J	Lacto. Sec Acétone/BHB	12 D		11 M	S 24	11 J Lacto. Sec Acétone/BHB			11		12 S		11 L		11 M Beurre Lait sec
12 M	S 50	13 D		12 M S 7	12 M	S 11 Fromage	12 V				12 M	Fromage Beurre	12 V	12 L		12	Lacto. Sec Acétone/BHB	13 D		12 M		12 J Lacto. sec
13 J				13 M Beurre	13 M	Beurre Lait sec	13 S		13 L		13 J	Lait sec Lacto. Sec	13 S	13 N	n s 33	13	/			13 M		13 V
14 V		14 L		14 J Lacto. Sec	14 J		14 D		14 M		14 V	Acétone/BHB	14 D	14 N	1	14	6	14 L		14 J	S 46 IR médian	14 S
15 S			S 3 mage	15 V	15 V				15 M	S 20 IR médian	15 S			15 J		15		15 M		15 V	Urée	15 D
16 D		16 M	eurre it sec	16 S	16 S		15 L		16 J	Urée	16 D		15 L	16 V	/			16 M	S 42 IR médian	16 S		
		17   Lact	to. Sec ne/BHB	17 D	17 D		16 M		17 V				16 M	17 S	3	16	_	17 J	Urée	17 D		16 L
17 L		18 V					17 M	S 16 IR médian	18 S		17 L		S 29 17 M IR médian	18 D		17 I	И	18 V				17 M
18 M	S 51	19 S		18 L	18 L		18 J	Urée	19 D		18 M		18 J			18 1	S 38 IR médian	19 S		18 L	S 47	18 M S 51
19 M	Urée	20 D		19 M	19 M	l	19 V				19 M		19 V	19 L		19	Urée J	20 D		19 M	Noir Amido IR Haut	19 J
20 J	Cellules Stabilité cell			20 M IR médian Urée	20 M 21 J 22 V	S 12 IR médian Urée	20 S		20 L	S 21	20 J	Urée	20 S	20 N	1	19	V			20 M	Cellules BDI / MSC	20 V
21 V		21 L		21 J	21 J	Oree	21 D		21 M	Noir Amido IR Haut	21 V		21 D	21 N	S 34 IR médian Urée	21	3	21 L	S 43	21 J	A cides gras Rétentat Stabilité cell	21 S
22 S		22 M		22 V	22 V				22 M	Cellules BDI / M SC Acides gras	22 S			22 J	Oree	22		22 M	Noir Amido IR Haut	22 V	Stabilité AG	22 D
23 D		23 M IR n	S 4 nédian Jrée	23 S	23 S		22 L		23 J	Rétentat Stabilité cell	23 D		22 L S 30	23 V	/			23 M	Cellules BDI / MSC Acides gras	23 S		
		24 J		24 D	24 D		23 M	S 17 Noir Amido	24 V	Stabilité AG			23 M Noir Amido IR Haut	24 S		23	- S 39 Noir Amido	24 J	Rétentat Stabilité cell	24 D		23 L
24 L	S 52	25 V					24 M	IR Haut Cellules BDI / M SC	25 S		24 L	S 26	24 M BDI / MSC Acides gras	25 D		24	Ⅵ IR Haut	25 V	Stabilité AG			24 M
25 M		26 S		25 L S 9 Noir Amido	25 L	S 13 Noir Amido	25 J	Acides gras Rétentat	26 D		25 M	Noir Amido IR Haut Cellules	25 J Rétentat Stabilité cell			25	M BDI/MSC	26 S		25 L		25 M S 52
26 M		27 D		26 M R Haut Cellules	26 M	IR Haut	26 V	Stabilité cell Stabilité A G			26 M	BDI / M SC Acides gras	26 V Stabilité AG	26 L	S 35	26 ·	J Rétentat Stabilité cell	27 D		26 M		26 J
27 J	BDI / M SC Acides gras			27 M Acides gras	27 M	BDI / M SC	27 S		27 L		27 J	Rétentat	27 S	27 N	Noir Amido IR Haut Cellules	27	Stabilité AG			27 M	4	27 V
28 V	Rétentat Stabilité AG	28 L Noir	S 5 Amido	28 J Stabilité cell Stabilité AG	28 J	Rétentat Stabilité cell	28 D		28 M		28 V	Stabilité AG	28 D	28 N		28 ; 29 I	6	28 L 29 M	S 44 Kjeldahl	28 J		28 S
29 S		29 M Ce	Haut Hules / M SC		29 V	Stabilité A G			29 M	S 22	29 S			29 J	Rétentat Stabilité cell	29	D		Röse-Gottlieb Gerber / Cryo Matière sèche	29 V		29 D
30 D		30 M Acid	les gras		30 S		29 L	S 18 Kjeldahl	30 J		30 D		29 L S 31 Kjeldahl	30 V	Stabilité AG			30 M	M G brebis Stabilité lipo	30 S		
		31   Stabi	ilité cell ilité AG		31 D		30 M	Röse-Gottlieb Gerber / Cryo	31 V				30 M Röse-Gottlieb	31 S		30	S 40 Kjeldahl	31 J	Microorg 30°C E. coli -Staph			30 L
31 L													31 M Gerber / Cryo Matière sèche M G brebis									31 M
Stabi				lles somatiques da	ıns le la		Acides gras : étalonnage et contrôle acides gras						IR médian : infrarouge gamme médiane Microorg 30 ° : microorganismes à 30 °C									
	lité AG : stab						BDI : acidité de la matière grasse - méthode BDI MSC : acidité de la matière grasse - méthode savons de cuivre							IR haut : infrarouge gamme haute						i - Staphylocoques		
Stabl	Stabilité lipo : stabilité lipolyse dans le lait							moo : aciquite de la matiere grasse - methode savons de cuivre						Cellules : cellules somatiques dans le lait   à coagulase positive								

# **PHYSICO-CHIMIE**

#### I - ECHANTILLONS D'ETALONNAGE

#### 1) Protéines vraies par la méthode noir amido sur lait

• Utilisation : étalonnage et ajustage des photomètres destinés aux dosages de **PROTEINES VRAIES** dans le lait cru de vache, de chèvre ou de brebis,

**PROTEINES VRAIES** dans le lait cru de vache, de chèvre ou de brebis, additionnés ou non d'un conservateur (seuls le Bronopol et le chlorure

mercurique peuvent être utilisés comme conservateurs)

• Nature des échantillons :

 $\clubsuit$  Formule  $n^{\circ}$  1 : pour lait de vache ou de chèvre (3 échantillons) : 1 groupe indissociable comprenant :

- 2 échantillons reconstitués, l'un riche en protéines (R  $\approx$  36 g/kg), l'autre pauvre (P  $\approx$  25 g/kg).

- 1 échantillon de contrôle (lait cru entier moyen).

La fonction d'étalonnage de la méthode est supposée être linéaire et l'ajustage est réalisé sur les 2 points R et P.

 $\clubsuit$  Formule  $n^\circ$  2 : pour lait de vache ou de chèvre (4 échantillons) : 1 groupe indissociable comprenant :

- 3 échantillons reconstitués, l'un riche en protéines (R  $\approx$  36 g/kg), un moyen (M  $\approx$  30 g/kg) et un pauvre (P  $\approx$  25 g/kg).

- 1 échantillon de contrôle (lait cru entier moyen).

Le point supplémentaire médian permet de détecter un éventuel défaut de linéarité et d'y remédier par un ajustage curviligne.

♣ Formule n° 3 : pour lait de brebis et lait à teneur élevée : 1 groupe indissociable comprenant :

- 3 échantillons reconstitués, un riche en protéines (RB  $\approx$  65 g/l), un moyen (MB  $\approx$  55 g/l) et un pauvre (PB  $\approx$  45 g/l).

- 1 échantillon de contrôle (lait cru entier à 54-56 g/l).

• Conservation : échantillons conservés avec du chlorure mercurique à la concentration de

0,07 %

• Conditionnement : en flacons de 30 ml munis de bouchons à vis avec joints d'étanchéité

• Envoi : mensuel et à la demande, en carton à température ambiante par transporteur

express arrivée au jour J+1 avant 12 h

• Valeurs de référence : - formule n° 1 et n° 2 : déterminées par plusieurs laboratoires experts par la

méthode au noir amido selon NF V 04-216 et vérifiées par un groupe de laboratoires experts par la méthode Kjeldahl selon ISO 8968-1 et 4|FIL 20-

1 et 4

- <u>formule n° 3</u> : déterminées par un groupe de laboratoires experts par la méthode au noir amido selon NF V 04-216 et vérifiées par un groupe de

laboratoires experts par la méthode Kjeldahl selon ISO 8968-1 et 4|FIL 20-

1 et 4

Les résultats obtenus avec les laits de référence noir amido sont équivalents à ceux qui seraient obtenus par la méthode Kjeldahl [(AT-ANP) x 6,38]

#### • Calendrier prévisionnel d'envoi des échantillons :

CALENDRIER PREVISIONNEL D'ENVOI DES ECHANTILLONS												
Mois d'envoi	Jan	Fév	Mar	Avr	Mai	Juin	Juil	Août	Sept	Oct	Nov	Déc
Semaine	52(18)	5	9	13	17	21	26	30	35	39	43	47

#### 2) Comptage de cellules somatiques dans le lait

• Utilisation: \$\\$\\$\\$\\$\\$\ \text{étalonnage et ajustage des appareils automatiques de **dénombrement** 

des cellules somatiques dans le lait de vache et de chèvre et contrôle des

méthodes de comptage visuel.

référence pour estimation par CMT (Connecticut Mastitis Test ou test au Teepol).

NB : il faut tenir compte dans l'étalonnage d'un biais possible induit par une différence de type de conservateur dans les laits analysés en routine.

#### • Nature des échantillons :

65 ml

Nombre d'échantillons de lait de vache reconstitués par mélanges proportionnels d'un lait de mélange fortement chargé en cellules et d'un lait pauvre en cellules à différents taux, et d'un lait sans cellules (point zéro) 600 000 400 000 800 000 1 000 000 | 1 200 000 | 1 400 000 200 000 1 600 000 1 800 000 30 ml 2 2 2 2 Formule n° 1 «gamme basse» 65 ml 1 1 1 1 1 Formule n° 2 2 30 ml 2 2 2 2 «gamme haute 1 1 65 ml 1 1 1 "vache"» Formule n° 3 30 ml 4 2 2 2 2 2 2 2 2 «gamme complète 65 ml 2 1 1 1 1 1 1 1 1 "vache"» Formule n° 4 2 2 2 30 ml 2 2 «gamme haute 65 ml 1 1 1 1 1 "chèvre"» Formule n° 5 4 2 2 2 2 2 2 2 2 30 ml «gamme complète 65 ml 2 1 1 1 1 1 1 1 1 "chèvre"» 30 ml 4 2 2 2 2 2 2 2 2 2 Formule n° 6 «gamme étendue»

• Conservation: échantillons additionnés de Bronopol (0,1 % final)

1

1

• Conditionnement : en flacons de polyéthylène de 30 ml ou de 65 ml, munis de bouchons à vis

1

1

avec joints d'étanchéité

• Envoi: mensuel et à la demande, en colis isotherme muni de glace, par transporteur

express arrivée au jour J+1 avant 12 h

déterminées par comptage visuel selon la méthode de référence (ISO 13366-1) • Valeurs de référence :

FIL 148-1) et confirmées par un groupe de laboratoires experts par la

1

1

1

1

1

méthode automatisée (ISO 13366-2|FIL 148-2)

#### • Calendrier prévisionnel d'envoi des échantillons :

CALENDRIER PREVISIONNEL D'ENVOI DES ECHANTILLONS												
Mois d'envoi	Jan	Fév	Mar	Avr	Mai	Juin	Juil	Août	Sept	Oct	Nov	Déc
Semaine	51(18)	5	9	13	17	21	26	30	35	39	43	47

## 3) Point de congélation sur lait par cryoscopie

• Utilisation : étalonnage et ajustage des appareils de mesure du point de congélation du

lait

• Nature des échantillons :

		7	aleurs nomir	ales de point	de congélation	on
			s de solution d é avec la norn			Nombre d'échantillons de lait entier de mélange:
	S1 -0,483 °C	S2 -0,512 °C	S3 -0,541 °C	S4 -0,408 °C	S5 -0,600 °C	L -0,520 °C
Formule n° 1	1	1	1			
Formule n° 2	1	1	1			1
Formule n° 3		1		1	1	
Formule n° 4		1		1	1	1
Formule n° 5	1	1	1	1	1	
Formule n° 6						4
Formule n° 7		4				

• **Conservation :** échantillons de lait additionnés de Bronopol (0,02 % final). Les solutions de

NaCl ne contiennent pas de conservateur

• Conditionnement : en flacons de 30 ml munis de bouchons à vis avec joints d'étanchéité

• Envoi: mensuel et à la demande, en colis isotherme muni de glace, par transporteur

express arrivée au jour J+1 avant 12 h

• Valeurs de référence : valeurs nominales déterminées :

- solutions : par les concentrations en NaCl et contrôlées par analyse

cryoscopique,

- lait : par analyse cryoscopique selon la norme ISO 5764|FIL 108

(recherche de plateau) par un groupe de laboratoires experts

• Calendrier prévisionnel d'envoi des échantillons :

	CAL	ENDRI	ER PRI	EVISIO	NNEL I	D'ENV(	OI DES	ECHA	NTILLO	ONS		
Mois d'envoi Jan Fév Mar Avr Mai Juin Juil Août Sept Oct Nov Déc												Déc
Semaine	2	6	10	14	18	23	27	31	36	40	44	49

### 4) Acidité Matière Grasse du lait par la méthode aux savons de cuivre

• **Utilisation :** étalonnage et ajustage de la méthode aux savons de cuivre appliquée au lait

• Nature des échantillons : 1 groupe indissociable comprenant 4 échantillons de lait entier pasteurisé de

composition moyenne, dont les teneurs en acidité matière grasse (AMG) ont

été ajustées autour de 0,16; 0,28; 0,40 et 0,52 meg/l

• Conservation : échantillons additionnés de Bronopol (0,02 % final)

• Conditionnement : en flacons de polyéthylène de 30 ml, munis de bouchons à vis avec joints

d'étanchéité

• Envoi: mensuel et à la demande, en colis isotherme muni de glace, par transporteur

express arrivée au jour J+1 avant 12 h

• Valeurs de référence : déterminées à partir des résultats d'un laboratoire expert par la méthode BDI

(ISO/TS 22113|FIL 204), exprimées en meg/l de lait et confirmées par un

groupe de laboratoires experts par la méthode MSC

### • Calendrier prévisionnel d'envoi des échantillons :

	CALE	ENDRIE	ER PRE	VISIO	NNEL I	)'ENV	DI DES	ECHA	NTILLO	ONS		
Mois d'envoi Jan Fév Mar Avr Mai Juin Juil Août Sept Oct Nov Déc												
Semaine	52(18)	5	9	13	17	21	26	30	35	39	43	47

### 5) Urée dans le lait

• **Utilisation :** étalonnage et ajustage des méthodes de dosage de l'urée sauf infrarouge

• Nature des échantillons : 1 groupe indissociable comprenant 5 échantillons de lait entier dont les

teneurs en urée varient entre environ 150 et 900 mg urée/l

• **Conservation**: échantillons additionnés de Bronopol (0,02 % final)

• Conditionnement : en flacon de polyéthylène de 30 ml, munis de bouchons à vis avec joints

d'étanchéité

• Envoi : mensuel et à la demande, en carton à température ambiante par transporteur

express arrivée au jour J+1 avant 12 h

• Valeurs de référence : déterminées à partir des résultats d'un groupe de laboratoires experts par la

méthode enzymatique par pH-métrie différentielle et exprimées en mg urée/l

de lait (ISO 14637|FIL 195)

### • Calendrier prévisionnel d'envoi des échantillons :

	CALE	ENDRIE	ER PRE	VISIO	NNEL I	)'ENV	)I DES	ECHA	NTILLO	ONS		
Mois d'envoi Jan Fév Mar Avr Mai Juin Juil Août Sept Oct Nov Déc												
Semaine	51(18)	4	8	12	16	20	25	29	34	38	42	46

## 6) Acides gras dans le lait

• **Utilisation :** étalonnage et ajustage des méthodes infrarouges de dosage des acides gras

• Nature des échantillons : 1 groupe indissociable comprenant 5 échantillons de lait à différents niveaux

en acides gras

• **Conservation**: échantillons additionnés de Bronopol (0,02 % final)

• Conditionnement : en flacon de polyéthylène de 65 ml, munis de bouchons à vis avec joints

d'étanchéité

• Envoi: mensuel et à la demande, en colis isotherme muni de glace, par transporteur

express arrivée au jour J+1 avant 12 h

• Valeurs de référence : déterminées à partir des résultats d'un groupe de laboratoires experts par

chromatographie en phase gazeuse et exprimées en g acides gras/litre de lait sur les critères acides gras saturés, acides gras insaturés, acides gras monoinsaturés, acides gras poly-insaturés, acides gras De novo, acides gras Mixed, acides gras Preformed, C4:0, C6:0, C8:0, C10:0, C12:0, C14:0, C14:1 total, C16:0, C16:1 total, C18:0, C18:1 9c, C18:1 total C18:2 total et

C18:3 n-3

	CALE	ENDRII	ER PRE	VISIO	NNEL I	D'ENV(	DI DES	ECHA	NTILL(	ONS		
Mois d'envoi	Jan	Fév	Mar	Avr	Mai	Juin	Juil	Août	Sept	Oct	Nov	Déc
Semaine	52(18)	5	9	13	17	21	26	30	35	39	43	47

### 7) Acétone

• **Utilisation**: étalonnage et/ou ajustage des analyseurs infra rouge.

• Nature des échantillons : 1 groupe indissociable comprenant 5 échantillons de lait à différents niveaux

en acétone de 0,10 à 0,20 mmoles / litre

• **Conservation :** échantillons additionnés de Bronopol (0,03 % final).

• Conditionnement : en flacon de polyéthylène de 35 mL, munis de bouchons à vis avec joints

d'étanchéité.

• Envoi: mensuel et à la demande, en colis isotherme muni de glace par transporteur

express arrivée au jour J+1 avant 12h.

• Valeurs de référence : déterminées à partir des résultats d'un laboratoire expert par la méthode

chimique en flux continu et exprimées en mmoles / litre et confirmées par

deux laboratoires experts par la méthode infrarouge.

• Calendrier prévisionnel d'envoi des échantillons :

	CAI	ENDR	ER PR	EVISIO	NNEL	D'ENV	OI DES	ECHA	NTILL	ONS		
Mois d'envoi	Mois d'envoi Jan Fév Mar Avr Mai Juin Juil Août Sept Oct Nov Déc											
Semaine	3	7	11	15	19	24	28	32	37	41	45	50

### 8) **BHB**

• **Utilisation :** étalonnage et/ou ajustage des analyseurs infra rouge.

• Nature des échantillons : 1 groupe indissociable comprenant 10 échantillons de lait à différents

niveaux en BHB de 0.10 à 0.28 mmoles / litre.

• **Conservation :** échantillons additionnés de Bronopol (0,03 % final).

• Conditionnement : en flacon de polyéthylène de 35 mL, munis de bouchons à vis avec joints

d'étanchéité.

• Envoi: mensuel et à la demande, en colis isotherme muni de glace par transporteur

express arrivée au jour J+1 avant 12h.

• Valeurs de référence : déterminées à partir des résultats d'un laboratoire expert par la méthode

chimique en flux continu et exprimées en mmoles / litre et confirmées par

deux laboratoires experts par la méthode infrarouge.

	CAI	ENDR	ER PR	EVISIO	NNEL	D'ENV	CALENDRIER PREVISIONNEL D'ENVOI DES ECHANTILLONS													
Mois d'envoi	Mois d'envoi Jan Fév Mar Avr Mai Juin Juil Août Sept Oct Nov Déc																			
Semaine	3	7	11	15	19	24	28	32	37	41	45	50								

### II - ECHANTILLONS DE CONTROLE

### 1) Azote total et azote non protéique par la méthode Kjeldahl sur lait

• Utilisation : contrôle de la méthode Kjeldahl à 3 niveaux : minéralisation, et/ou

distillation-titration, et/ou résultats sur lait

• Nature des échantillons : > solutions de tryptophane (destinées au contrôle de la minéralisation)

> solutions de sulfate d'ammonium (destinées au contrôle de la distillation

et de la titration)

➤ échantillons de lait UHT entier homogénéisé (destinés à tester la justesse

globale sur le produit analysé en routine)

	Nombre d'échantillons de solution de tryptophane à environ 5,6 g N/l	Nombre d'échantillons de solution de sulfate d'ammonium à environ 5,6 g N/l	Nombre d'échantillons de lait UHT entier homogénéisé à environ 5,0 g N/l
Formule n° 1 (sans le taux d'ANP sur le lait)	1	1	2
Formule n° 2 (avec le taux d'ANP sur le lait)	1	1	4
Formule n° 3 (sans le taux d'ANP sur le lait)			4
Formule n° 4 (avec le taux d'ANP sur le lait)			6
Formule n° 5		4	
Formule n° 6	4		

• Conservation : les deux solutions ne contiennent pas de conservateur. Le lait est additionné

de Bronopol (0,02 % final)

• Conditionnement : en flacons de 30 ml munis de bouchons à vis avec joints d'étanchéité

• Envoi: mensuel et à la demande, en colis isotherme muni de glace, par transporteur

express arrivée au jour J+1 avant 12 h

• Valeurs de référence : - <u>solutions</u> : valeurs nominales obtenues par la méthode Kjeldahl à partir des

résultats d'un groupe de laboratoires experts (ISO 8968-1|FIL 20-1)

- <u>lait</u>: déterminées à partir des résultats d'un groupe de laboratoires experts, pour l'azote total (AT) et l'azote non protéique (ANP) (ISO 8968-1 et 4

FIL 20-1 et 4)

• Calendrier prévisionnel d'envoi des échantillons :

	CAI	ENDR	ER PR	EVISIC	NNEL	D'ENV	OI DES	ECHA	NTILL	ONS		
Mois d'envoi Jan Fév Mar Avr Mai Juin Juil Août Sept Oct Nov Déc												
Semaine	2	6	10	14	18	23	27	31	36	40	44	49

## 2) Matière grasse par la méthode Röse- Gottlieb sur lait

• Utilisation : contrôle de justesse des analyses de matière grasse par la méthode par

extraction

• Nature des échantillons : 1 groupe indissociable de 4 échantillons de lait UHT entier homogénéisé de

teneur voisine de 35 g MG/kg

• **Conservation**: échantillons additionnés de Bronopol (0,02 % final)

• Conditionnement : en flacons de 30 ml munis de bouchons à vis avec joints d'étanchéité

• Envoi: mensuel et à la demande, en colis isotherme muni de glace, par transporteur

express arrivée au jour J+1 avant 12 h

• Valeurs de référence : déterminées à partir des résultats d'un groupe de laboratoires experts

(ISO 1211|FIL 1)

• Calendrier prévisionnel d'envoi des échantillons :

	CAI	ENDR	IER PR	EVISIO	NNEL	D'ENV	OI DES	<b>ECHA</b>	NTILL	ONS		
Mois d'envoi Jan Fév Mar Avr Mai Juin Juil Août Sept Oct Nov Déc												Déc
Semaine	2	6	10	14	18	23	27	31	36	40	44	49

### 3) Matière grasse butyrométrique sur lait de brebis

• Utilisation : contrôle de la justesse des analyses de matière grasse par la méthode

butyrométrique

• Nature des échantillons : 1 groupe indissociable de 4 échantillons de lait cru entier de brebis

• Conservation : échantillons additionnés de Bronopol (0,02 % final)

• Conditionnement : en flacons de polyéthylène de 30 ml, munis de bouchons à vis avec joints

d'étanchéité

• Envoi: mensuel et à la demande, en emballage isotherme muni de glace, par

transporteur express **⊃** arrivée au jour J+1 avant 12 h

• Valeurs de référence : déterminées à partir des résultats d'un groupe de laboratoires experts

(NF V 04-155)

• Calendrier prévisionnel d'envoi des échantillons :

	CAI	ENDR	ER PR	EVISIO	NNEL	D'ENV	OI DES	ECHA	NTILL	ONS		
Mois d'envoi	Mois d'envoi Jan Fév Mar Avr Mai Juin Juil Août Sept Oct Nov Déc											
Semaine	2	6	10	14	18	23	27	31	36	40	44	49

## 4) Matière grasse par la méthode Gerber sur lait

• Utilisation : contrôle de la justesse des analyses de matière grasse par la méthode

Gerber

• Nature des échantillons : 1 groupe indissociable de 4 échantillons de lait cru entier

• Conservation : échantillons additionnés de Bronopol (0,02 % final)

• Conditionnement : en flacons de polyéthylène de 30 ml, munis de bouchons à vis avec joints

d'étanchéité

• Envoi: mensuel et à la demande, en colis isotherme muni de glace, par transporteur

express **⊃** arrivée au jour J+1 avant 12 h

• Valeurs de référence : déterminées à partir des résultats d'un groupe de laboratoires experts

(NF V 04-210)

	CAI	ENDR	IER PR	EVISIC	NNEL	D'ENV	OI DES	<b>ECHA</b>	NTILL	ONS		
Mois d'envoi	Mois d'envoi Jan Fév Mar Avr Mai Juin Juil Août Sept Oct Nov Déc											
Semaine	Semaine 2 6 10 14 18 23 27 31 36 40 44 49											

### 5) Matière sèche par la méthode gravimétrique sur lait

• Utilisation : contrôle de la justesse des dosages gravimétriques de la matière sèche du

lait

• Nature des échantillons : 1 groupe indissociable de 4 échantillons de lait cru entier de teneur voisine

de 12-13 g MS/100 g

• **Conservation :** échantillons additionnés de Bronopol (0,02 % final)

• Conditionnement : en flacons de polyéthylène de 30 ml, munis de bouchons à vis avec joints

d'étanchéité

• Envoi: mensuel et à la demande, en colis isotherme muni de glace, par transporteur

express arrivée au jour J+1 avant 12 h

• Valeurs de référence : déterminées à partir des résultats d'un groupe de laboratoires experts

(ISO 6731|FIL 21)

• Calendrier prévisionnel d'envoi des échantillons :

	CAL	ENDR	IER PR	EVISIC	NNEL	D'ENV	OI DES	ECHA	NTILL	ONS			
Mois d'envoi Jan Fév Mar Avr Mai Juin Juil Août Sept Oct Nov Déc													
Semaine	2	6	10	14	18	23	27	31	36	40	44	49	

## 6) Acidité de la matière grasse du lait par la méthode BDI

• Utilisation : contrôle de la méthode BDI dans le lait

• Nature des échantillons : 1 groupe indissociable de 4 échantillons d'un même lait entier pasteurisé de

composition moyenne, dont la teneur en AGL a été ajustée autour de 1

meq/100 g de MG

• **Conservation :** échantillons additionnés de Bronopol (0,02 % final)

• Conditionnement : en flacons de polyéthylène de 65 ml, munis de bouchons à vis avec joints

d'étanchéité

• Envoi: mensuel et à la demande, en colis isotherme muni de glace, par transporteur

express arrivée au jour J+1 avant 12 h

• Valeurs de référence : déterminées à partir des résultats d'un laboratoire expert par la méthode BDI

(ISO/TS 22113|FIL 204), exprimées en meg/100 g de matière grasse

• Calendrier prévisionnel d'envoi des échantillons :

	CALE	ENDRIE	ER PRE	VISIO	NNEL I	)'ENV	DI DES	<b>ECHA</b> l	NTILLO	ONS				
Mois d'envoi Jan Fév Mar Avr Mai Juin Juil Août Sept Oct Nov Déc														
Semaine	52(18)	5	9	13	17	21	26	30	35	39	43	47		

## 7) Acides gras dans le lait

• Utilisation : contrôle des méthodes de dosage des acides gras

• Nature des échantillons : 1 groupe indissociable de 4 échantillons d'un même lait de composition

moyenne en acides gras

• Conservation : échantillons additionnés de Bronopol (0,02 % final)

• Conditionnement : en flacons de polyéthylène de 65 ml, munis de bouchons à vis avec joints

d'étanchéité

• Envoi: mensuel et à la demande, en colis isotherme muni de glace, par transporteur

express arrivée au jour J+1 avant 12 h

• Valeurs de référence :

déterminées à partir des résultats d'un groupe de laboratoires experts par chromatographie en phase gazeuse et exprimées en gacides gras/l de lait sur les critères acides gras saturés, acides gras insaturés, acides gras polyinsaturés, acides gras De novo, acides gras Mixed, acides gras Preformed, C4:0, C6:0, C8:0, C10:0, C12:0, C14:0, C14:1 total, C16:0, C16:1 total, C18:0, C18:1 9c, C18:1 total C18:2 total et C18:3 n-3

• Calendrier prévisionnel d'envoi des échantillons :

	CALE	ENDRIE	ER PRE	VISIO	NNEL I	)'ENV	)I DES	ECHA	NTILLO	ONS			
Mois d'envoi Jan Fév Mar Avr Mai Juin Juil Août Sept Oct Nov Déc													
Semaine	52(18)	5	9	13	17	21	26	30	35	39	43	47	

### 8) Echantillons de contrôle fromage

• Utilisation : contrôle des déterminations de la teneur en matière sèche, matière

grasse, azote et chlorures sur le fromage

• Nature des échantillons : 1 échantillon de fromage fondu aux teneurs d'environ :

matière sèche : 45 g/100 g
matière grasse : 30 g/100 g

- azote : 2 g/100 g - chlorures : 0,4 g/100 g

• **Conditionnement :** 1 barquette de 200 g pour tous les critères

• Envoi: mensuel et à la demande, en colis isotherme muni de glace, par transporteur

express arrivée au jour J+1 avant 12 h

• Valeurs de référence : déterminées à partir des résultats d'un groupe de laboratoires experts par:

- la méthode par étuvage pour la matière sèche (ISO 5534|FIL 4)

- la méthode SBR par extraction étherochlorhydrique (ISO 1735|FIL 5) et la

méthode acidobutyrométrique (NF V 04-287) pour la matière grasse

- la méthode Kjeldahl (ISO 8968-1|FIL 20-1 / ISO 8968-3|FIL 20-3) pour

l'azote

- une méthode potentiométrique (ISO 5943|FIL 88 ou méthode automatisée)

pour les chlorures

• Calendrier prévisionnel d'envoi des échantillons :

	CALE	NDRIE	R PRE	VISIO	NNEL I	)'ENV	DI DES	<b>ECHA</b>	NTILL	ONS				
Mois d'envoi														
Semaine	3	7	11	15	19	24	28	32	37	41	45	50		

### 9) Echantillons de contrôle beurre

• Utilisation : contrôle des déterminations de la teneur en eau, matière sèche non

grasse, matière grasse par calcul, acidité de la matière grasse et sel sur

le beurre

• Nature des échantillons : > 1 échantillon de beurre doux aux teneurs d'environ :

- eau: 16 g/100 g

- matière sèche non grasse (MSNG) : 2 g/100 g

- matière grasse (MG): 82 g/100 g

- acidité de la matière grasse (AMG) : 0,5 meq/100 g de MG

▶1 échantillon de beurre salé à la teneur d'environ :

- sel (exprimé en NaCl) : 2 g/100 g

• Conditionnement : barquette de 250 g de beurre doux et barquette de 250 g de beurre salé

• Envoi: mensuel et à la demande, en colis isotherme muni de glace, par transporteur

express arrivée au jour J+1 avant 12 h

• Valeurs de référence : déterminées à partir des résultats d'un groupe de laboratoires experts par :

- la méthode par étuvage pour l'eau (ISO 3727-1|FIL 80-1),

- la méthode ISO 3727-2|FIL 80-2 pour la matière sèche non grasse, - la méthode ISO 3727-3|FIL 80-3 pour la matière grasse par calcul,

- la méthode ISO 1740|FIL 6 pour l'acidité de la matière grasse,

- une méthode potentiométrique (ISO 15648|FIL 179 ou méthode automatisée) pour la teneur en sel

automatisée) pour la teneur en sel,

• Calendrier prévisionnel d'envoi des échantillons :

	CALI	ENDRII	ER PRE	EVISIO	NNEL I	D'ENV(	OI DES	<b>ECHA</b>	NTILL	ONS			
Mois d'envoi Jan Fév Mar Avr Mai Juin Juil Août Sept Oct Nov Déc													
Semaine	3	7	11	15	19	24	28	32	37	41	45	50	

## 10) Echantillons de contrôle lait sec

• Utilisation : contrôle des déterminations de la teneur en humidité, matière grasse, et

azote sur le lait sec

• Nature des échantillons : 1 échantillon de lait sec aux teneurs d'environ :

- humidité : 4 g/100 g

- matière grasse : 25 g/100 g

- azote: 4 g/100 g

• **Conditionnement :** 1 sachet aluminium de 50 g sous vide pour tous les critères

• Envoi : mensuel et à la demande, en carton à température ambiante, par transporteur

express arrivée au jour J+1 avant 12 h

• Valeurs de référence : déterminées à partir des résultats d'un groupe de laboratoires experts par :

- la méthode par étuvage pour l'humidité (FIL 26A:1993),

- la méthode Röse-Gottlieb par extraction (ISO 1736|FIL 9) pour la matière

grasse,

- la méthode Kjeldahl (ISO 8968-1|FIL 20-1) pour l'azote

• Calendrier prévisionnel d'envoi des échantillons :

	CALE	ENDRII	ER PRE	VISIO	NNEL I	)'ENV	)I DES	<b>ECHA</b> l	NTILLO	ONS				
Mois d'envoi														
Semaine	3	7	11	15	19	24	28	32	37	41	45	50		

### 11) Echantillons de contrôle rétentat

• Utilisation : contrôle de la justesse des analyses de matière sèche et d'azote total sur

rétentat

• Nature des échantillons : 1 groupe indissociable de 4 échantillons de rétentat aux teneurs d'environ :

- matière sèche : 13 à 15 g/100 g - azote total : 12 à 14 g N/kg

• **Conservation :** échantillons additionnés de Bronopol (0,02 % final)

• Conditionnement : en flacons de polyéthylène de 30 ml, munis de bouchons à vis avec joints

d'étanchéité

• Envoi: mensuel et à la demande, en colis isotherme muni de glace, par transporteur

express arrivée au jour J+1 avant 12 h

• Valeurs de référence : déterminées à partir des résultats d'un groupe de laboratoires experts (ISO

6731|FIL 21 et ISO 8968-1|FIL 20-1)

	CAL	ENDRI	ER PR	EVISIO	NNEL I	D'ENVO	DI DES	ECHAN	TILLO	NS					
Mois d'envoi	Mois d'envoi Jan Fév Mar Avr Mai Juin Juil Août Sept Oct Nov Déc														
Semaine	52(18)	5	9	13	17	21	26	30	35	39	43	47			

## 12) Echantillons de contrôle lactosérum sec

• Utilisation : contrôle des déterminations de la teneur en humidité, matière grasse, et

azote sur le lactosérum sec

• Nature des échantillons : 1 échantillon de lactosérum sec aux teneurs d'environ :

- humidité : 2 g/100 g - matière grasse : 1 g/100 g

- azote: 2 g/100 g

• **Conditionnement :** 1 sachet aluminium de 50 g sous vide pour tous les critères

• Envoi: mensuel et à la demande, en carton à température ambiante, par transporteur

express **arrivée** au jour J+1 avant 12 h

• Valeurs de référence : déterminées à partir des résultats d'un groupe de laboratoires experts par :

- la méthode par étuvage pour l'humidité (FIL 26A:1993 / ISO 5537|FIL

26),

- la méthode Röse-Gottlieb par extraction (ISO 1736|FIL 9) pour la matière

grasse,

- la méthode Kjeldahl (ISO 8968-1|FIL 20-1) pour l'azote

	CALI	ENDRII	ER PRE	VISIO	NNEL I	)'ENV	DI DES	<b>ECHA</b>	NTILLO	ONS				
Mois d'envoi Jan Fév Mar Avr Mai Juin Juil Août Sept Oct Nov Déc														
Semaine	3	7	11	15	19	24	28	32	37	41	45	50		

### III - ECHANTILLONS DE CONTROLE ET DE PRECALIBRAGE

### INFRAROUGE SUR LAIT

• Utilisations possibles : Spontrôle de la linéarité, des intercorrections (modèle MLR) et de la pente

de la régression linéaire simple

• précalibrage : ajustement des facteurs d'intercorrections (modèles MLR)

et de l'équation finale de l'instrument (y = b.X+a)

Un ajustement du biais de l'instrument à l'aide de laits représentatifs des laits analysés est nécessaire après un ajustement à l'aide des échantillons de

précalibrage

• Appareils concernés : tous les appareils basés sur les principes de la norme ISO 9622|FIL 141

• Critères : taux de matière grasse (MG), matière protéique (MP), lactose, matière sèche

(MS)

• Nombre d'échantillons : 1 groupe indissociable de 13 échantillons de lait cru de teneurs réparties entre :

- <u>Gamme médiane</u>: OU - <u>Gamme haute</u>: - 20 et 56 g MG/l - 60 et 90 g MG/l

22 et 42 g MP/l
 46 et 60 g lactose/l
 100 et 150 g MS/l
 45 et 65 g MP/l
 46 et 60 g lactose/l
 160 et 220 g MS/l

• Conditionnement : en flacons de polyéthylène de 65 ml munis de bouchons à vis avec joints

d'étanchéité

• **Conservation :** échantillons additionnés de Bronopol (0,02 % final)

• Envoi : mensuel et à la demande, en carton à température ambiante par transporteur

express arrivée au jour J+1 avant 12 h

• Valeurs de référence: déterminées par un laboratoire expert et vérifiées par un analyseur FTIR, à

partir des méthodes suivantes :

- méthode acido-butyrométrique pour la matière grasse (NF V 04-210)

- méthode au noir amido pour la matière protéique (NF V 04-216)

- méthode Kjeldahl pour le NPN (ISO 8968-4|FIL 20-4)

- méthode enzymatique pour le lactose (ISO 26462|FIL 214)

- méthode par étuvage pour la matière sèche (ISO 6731|FIL 21).

• Calendriers prévisionnels d'envoi des échantillons :

ETG INFRAROUGE GAMME MEDIANE:

	CALE	ENDRIE	ER PRE	VISIO	NNEL I	)'ENV	DI DES	ECHA	NTILL(	ONS				
Mois d'envoi	Mois d'envoi Jan Fév Mar Avr Mai Juin Juil Août Sept Oct Nov Déc													
Semaine	51(18)	4	8	12	16	20	25	29	34	38	42	46		

### ETG INFRAROUGE GAMME HAUTE:

	CALE	ENDRIE	ER PRE	VISIO	NNEL I	D'ENV(	DI DES	ECHA	NTILLO	ONS				
Mois d'envoi														
Semaine	52(18)	5	9	13	17	21	26	30	35	39	43	47		

## IV - ECHANTILLONS DE CONTRÔLE DE STABILITE

### 1) Comptage des cellules somatiques dans le lait

• Utilisation : contrôle de la stabilité des analyseurs de comptage cellulaire dans le lait.

Les valeurs de référence ne sont pas fournies. Les valeurs cibles sont à

déterminer lors de la réception des échantillons

• Nature des échantillons : 1 groupe indissociable de 2 laits, l'un sans cellule somatique, l'autre de

teneur avoisinant 500 000 cellules/ml

• **Conservation :** échantillons additionnés de Bronopol (0,1 % final)

• Conditionnement : en flacons de polyéthylène de 30 ml, munis de bouchons à vis avec joints

d'étanchéité

• Envoi: mensuel et à la demande, en colis isotherme muni de glace, par transporteur

express arrivée au jour J+1 avant 12 h

• Calendrier prévisionnel d'envoi des échantillons :

	CALE	ENDRIE	ER PRE	VISIO	NNEL I	)'ENV	DI DES	ECHA	NTILLO	ONS				
Mois d'envoi	Mois d'envoi Jan Fév Mar Avr Mai Juin Juil Août Sept Oct Nov Déc													
Semaine	51(18)	5	9	13	17	21	26	30	35	39	43	47		

## 2) Lipolyse dans le lait

• Utilisation : contrôle de la stabilité des analyseurs infrarouge pour la détermination

de la lipolyse dans le lait. Les valeurs de référence ne sont pas fournies. Les valeurs cibles sont à déterminer lors de la réception des échantillons

• Nature des échantillons : 1 groupe indissociable de 35 échantillons de lait pasteurisé dont la teneur en

acidité de la matière grasse a été ajustée à 0,40 – 0,45 meg/l environ

• **Conservation**: échantillons additionnés de Bronopol (0,02 % final) et congelés avant envoi

• Conditionnement : en flacons de polyéthylène de 65 ml, munis de bouchons à vis avec joints

d'étanchéité

• Envoi : mensuel et à la demande (délai d'envoi en fonction de l'approvisionnement

en carboglace), en colis isotherme muni de carboglace, par transporteur

express arrivée au jour J+1 avant 12 h

• Calendrier prévisionnel d'envoi des échantillons :

	CALE	ENDRII	ER PRE	VISIO	NNEL I	)'ENV	DI DES	ECHA	NTILL(	ONS				
Mois d'envoi Jan Fév Mar Avr Mai Juin Juil Août Sept Oct Nov Déc														
Semaine	2	6	10	14	18	23	27	31	36	40	44	49		

### 3) Acides gras dans le lait

• Utilisation : contrôle de la stabilité des analyseurs infrarouge pour la détermination

de la composition en acides gras du lait. Les valeurs de référence ne sont pas fournies. Les valeurs cibles sont à déterminer lors de la réception des

échantillons

• Nature des échantillons : 1 groupe indissociable de 25 échantillons de lait

• **Conservation**: échantillons additionnés de Bronopol (0,02 % final)

### $ECHANTILLONS\ A\ TENEUR\ GARANTIE-PHYSICO-CHIMIE-STABILITE: FICHES\ TECHNIQUES,\ TARIFS,\ CALENDRIERS\ D'ENVOI$

en flacons de polyéthylène de 65 ml, munis de bouchons à vis avec joints d'étanchéité • Conditionnement :

mensuel et à la demande, en colis isotherme muni de glace, par transporteur express  $\supset$  arrivée au jour J+1 avant 12 h • Envoi:

CALENDRIER PREVISIONNEL D'ENVOI DES ECHANTILLONS												
Mois d'envoi	Jan	Fév	Mar	Avr	Mai	Juin	Juil	Août	Sept	Oct	Nov	Déc
Semaine	52(18)	5	9	13	17	21	26	30	35	39	43	47

# **MICROBIOLOGIE**

### ECHANTILLONS DE CONTROLE

### 1) Numération des microorganismes à 30 °C

• Utilisation : contrôle de la justesse des numérations en microorganismes à 30 °C

• Nature des échantillons : un groupe indissociable comprenant 4 échantillons lyophilisés à reconstituer

selon le protocole fourni (teneur d'environ 100 000 UFC/ml sur un volume

de 9 ml de produit reconstitué) et 4 x 1 tube de diluant

• **Conservation :** - non reconstitué : à 3 (± 2) °C

- à utiliser tout de suite après reconstitution

• Conditionnement : flacons en verre de 10 ml, munis d'un bouchon et d'une capsule métallique

déchirable et tubes de 9 ml de diluant

• Envoi: mensuel et à la demande, en colis isotherme muni de glace, par transporteur

express **arrivée** au jour J+1 avant 12 h

• Valeurs de référence : déterminées à partir des résultats d'un groupe de laboratoires experts selon la

méthode ISO 4833-1

• Calendrier prévisionnel d'envoi des échantillons :

CALENDRIER PREVISIONNEL D'ENVOI DES ECHANTILLONS												
Mois d'envoi	Jan	Fév	Mar	Avr	Mai	Juin	Juil	Août	Sept	Oct	Nov	Déc
Semaine	2	6	10	14	18	23	27	31	36	40	44	49

### 2) Numération des Escherichia coli et Staphylocoques à coagulase positive

• Utilisation : contrôle de la justesse des numérations en E. coli et Staphylocoques à

coagulase positive

• Nature des échantillons : un groupe indissociable comprenant 4 échantillons lyophilisés à reconstituer

selon le protocole fourni (teneur d'environ 1 000 UFC/ml en *E. coli* et 1 000 UFC/ml en Staphylocoques à coagulase positive sur un volume de 9 ml de

produit reconstitué) et 4 x 1 tube de diluant

• Conservation : - non reconstitué : à 3 ( $\pm$  2) °C

- à utiliser tout de suite après reconstitution

• Conditionnement : flacons en verre de 10 ml, munis d'un bouchon et d'une capsule métallique

déchirable et tubes de 9 ml de diluant

• Envoi: mensuel et à la demande, en colis isotherme muni de glace, par transporteur

express arrivée au jour J+1 avant 12 h

• Valeurs de référence : déterminées à partir des résultats d'un groupe de laboratoires experts selon la

méthode 16649-2 pour E. coli et 6888-2 pour les Staphylocoques à

coagulase positive

CALENDRIER PREVISIONNEL D'ENVOI DES ECHANTILLONS												
Mois d'envoi	Jan	Fév	Mar	Avr	Mai	Juin	Juil	Août	Sept	Oct	Nov	Déc
Semaine	2	6	10	14	18	23	27	31	36	40	44	49

### CONDITIONS GENERALES DE VENTE ET D'EXECUTION DES PRESTATIONS

De convention entre les parties, les « conditions générales de vente et d'exécution des prestations » (ci-après désignées les « Conditions Générales ») d'ACTALIA régissent les relations contractuelles entre les parties.

ACTALIA s'engage à fournir les services conformément aux présentes « Conditions Générales » et en conséquence, toutes les offres ou soumissions de service et tous les contrats, conventions ou autres accords en résultant seront régis par les présentes « Conditions Générales », sauf dérogation formelle et expresse figurant dans le devis ou proposition transmis au client. Ce dernier renonce à toute clause définie dans ses conditions générales d'achat qui seraient contradictoires aux « Conditions Générales » suivantes.

#### 1 – Objet – Dispositions générales

ACTALIA agit pour la personne physique ou morale dont émanent les instructions en vertu desquelles il intervient (ci-après désigné le « client »). Aucune autre partie n'est en droit de lui donner des instructions, notamment sur l'étendue de l'intervention ou la remise du rapport à moins qu'il n'y soit autorisé par le « Client ».

ACTALIA réalise des prélèvements, des audits, des études, des recherches, des expertises, des prestations d'assistance technique, des mesures, des analyses et des essais à façon, à la demande de ses « Clients ». ACTALIA peut sous-traiter l'exécution de tout ou partie des services convenus avec ses « Clients ».

Lorsqu'un devis ou une proposition de prestations techniques sont établis par ACTALIA, ils constituent les conditions particulières venant modifier et compléter les présentes « Conditions Générales ». Le délai de validité de l'offre est fixé dans ces conditions particulières et le contrat est conclu pour la durée stipulée dans celles-ci.

#### 2 - Obligations d'ACTALIA

ACTALIA fournira des services conformément :

- aux instructions spécifiques écrites du « Client », acceptées par ACTALIA,
- aux termes de la revue de contrat, acceptés par le « Client »,
- aux méthodes qu'ACTALIA estimera appropriées en fonction des contraintes techniques, opérationnelles et/ou financières

ACTALIA s'engage à tenir confidentielles, tant pendant la durée du présent contrat qu'après son expiration, toutes les informations dont il aura connaissance sur l'activité du « Client », sauf autorisation expresse de celui-ci. Le personnel d'ACTALIA est soumis à une clause de confidentialité concernant les informations relatives aux raisons qui motivent la collaboration des parties, au contenu de la mission confiée à ACTALIA, aux résultats obtenus pour le compte du « Client » et à son fonctionnement interne. La présente clause de confidentialité peut faire l'objet d'une rédaction spécifique à la demande du « Client ». Sauf demande expresse de ce dernier, ACTALIA se réserve le droit de mentionner le nom du « Client » ou sa dénomination sociale dans ses documents commerciaux à titre de référence.

### 3 - Obligations du « Client »

Le « Client » devra :

- s'assurer que des instructions et des informations suffisantes sont données en temps voulu à ACTALIA afin de lui permettre d'exécuter les services requis,
- permettre l'accès nécessaire aux représentants d'ACTALIA afin d'exécuter les services requis,
- informer ACTALIA au préalable de tous risques ou dangers connus, effectifs ou potentiels, associés à toute commande, prélèvement d'échantillons ou contrôle, comme par exemple la présence de radiation, d'éléments ou matériaux toxiques.
- s'acquitter de toutes ses obligations découlant du contrat de vente concerné, faute de quoi ACTALIA sera alors relevé de toute obligation à l'égard du « Client ».

### 4 – Echantillons et produits soumis à essai ou analyse

Le « Client » est responsable de la conformité et de la représentativité des échantillons et produits soumis à l'exécution des prestations

Sauf dans le cas particulier d'un prélèvement réalisé par ACTALIA, le « Client » doit mettre gratuitement à la disposition d'ACTALIA les échantillons et produits nécessaires à la réalisation de la prestation. Les frais de port sont à la charge du « Client ».

Pour toute réexpédition des échantillons et produits sur demande expresse (mail, courrier ou télécopie), les frais de transport, d'assurance et d'emballage sont facturés en sus.

Pour les tests sensoriels réalisés sur des échantillons et produits fournis par le « Client », celui-ci s'engage à garantir leur innocuité et à prévenir ACTALIA Sensoriel si les échantillons et produits devaient porter des mentions obligatoires au niveau de l'étiquetage concernant des traitements spécifiques de type : ionisation, irradiation, OGM, etc. De plus, le « Client » communiquera à la livraison les DLC, DLUO ou date de fabrication des échantillons et produits lorsque ces informations ne figurent pas sur leur emballage.

La réception des échantillons et produits est prévue du lundi au vendredi aux heures ouvrables des différentes adresses d'ACTALIA, sauf cas particuliers définis préalablement entre ACTALIA et le « Client ».

### $5-Conditions\ financi\`eres,\ report\ ou\ annulation$

En rémunération de ses prestations, ACTALIA percevra les sommes dont les montants et les modalités de règlement sont fixés aux conditions particulières figurant dans le devis ou la proposition de prestation. Les prix indiqués sont hors taxes. Une remise commerciale pourra exceptionnellement être consentie en fonction du volume d'activité commandé ou des modalités particulières de réalisation. Les prestations sont effectuées dans l'ordre d'enregistrement des commandes. Toutefois, certaines commandes peuvent être exceptionnellement traitées en priorité moyennant une majoration de prix pour urgence.

Une facture d'acompte de 30 % peut être émise par ACTALIA au démarrage de la prestation. Les règlements sont effectués par le « Client » à 30 jours suivant la date de facturation, nets et sans escompte. En cas de retard de paiement, le « Client » sera redevable de plein droit d'une indemnité forfaitaire de 40 euros pour frais de recouvrement et d'une pénalité calculée sur l'intégralité des sommes restant dues et résultant de l'application d'un taux équivalent à 3 fois le taux d'intérêt légal. Le cas échéant, l'exécution de la prestation ou la délivrance d'un document pourra être subordonnée au paiement préalable d'un montant pouvant atteindre l'intégralité du prix prévu au contrat.

Toute demande de report ou d'annulation unilatérale du contrat par le « Client » pour une intervention mobilisant les moyens d'ACTALIA (essai en halle pilote ou en usine, conseil, formation, analyse sensorielle, etc.) doit, pour être effective, être confirmée par écrit au moyen d'un courrier, d'une télécopie ou d'un e-mail. Sauf cas de force majeure (évènements indépendants de la volonté des parties tels qu'une grève, un incendie...), toute annulation ou report non prévu lors de la revue de contrat, et intervenant moins de deux semaines avant la date fixée pour le début d'exécution du contrat, peut donner lieu à une facturation au « Client » de 15 % du montant du prix prévu au contrat. Dans le cas d'une annulation ou d'un report demandé moins de 48 heures avant la date prévue, cette facturation pourra être portée à 25 % du montant du prix prévu au contrat.

### 6 – Garantie, limitation de responsabilité

Le « Client » est seul responsable de la mise en œuvre des recommandations, de la destination de la prestation ou de l'exploitation des résultats obtenus.

ACTALIA s'engage à mettre en œuvre les moyens décrits dans la proposition en ce qui concerne les prestations technologiques et de conseil ou d'expertise, ou à la production de résultats en ce qui concerne les prestations d'analyses. Il ne pourra être tenu responsable que pour des cas de négligence prouvée.

Dans le cas où ACTALIA émettrait des réserves sur d'éventuelles insuffisances concernant les analyses demandées, sa responsabilité ne saurait être engagée en cas de maintien de la demande par le « Client ».

Si la responsabilité d'ACTALIA était engagée, quelle qu'en serait la cause, le domaine ou sa nature, que le dommage soit matériel ou immatériel, elle serait limitée au dommage direct et immédiat lié à la prestation d'ACTALIA, sans pouvoir excéder le paiement par ACTALIA d'un montant de dommages et intérêts supérieur au montant hors taxes du prix convenu au titre de la commande à l'occasion de laquelle est intervenu le dommage subi par le client.

### 7 – Règlement des litiges

Election de domicile est faite, pour ACTALIA, à son siège administratif. Les présentes « Conditions Générales » ainsi que les contrats conclus avec le « Client » sont régis par le droit français. Toute contestation qui n'aura pu être réglée à l'amiable sera de la compétence exclusive du tribunal compétent dans le ressort duquel est situé le siège administratif d'ACTALIA, et ce même en cas de pluralité de défenseurs.

ACTALIA, association loi 1901 à but non lucratif. Siège administratif : 310 rue Popielujko – F 50000 SAINT LO Tél. +33 (0)2 33 06 71 71 – Siren 325 346 542 000 47 – NAF 7211Z

## Les services proposés aux laboratoires d'analyses laitières

## Expertise analytique

- → Expertise et contrôle des analyses laitières (organisation d'essais inter-laboratoires d'aptitude & fourniture de matériaux de référence).
- → Formation, audit, conseil... pour améliorer la performance analytique (nouveaux essais, organisation du laboratoire, management de la qualité, etc.),

### Documentation technique

- $\rightarrow$  Fourniture d'une liste de références bibliographiques, à partir d'une recherche issue de la base documentaire d'ACTALIA Cecalait relative aux analyses laitières,
- → Fourniture d'articles sélectionnés dans la base documentaire d'ACTALIA Cecalait

### Bulletins d'information

- → Veille règlementaire, législative et normative : mensuel par e-mail,
- → La Lettre de Cecalait : trimestriel par e-mail.



## Centre d'expertise agroalimentaire

ACTALIA est né en 2013 de la fusion des deux instituts techniques Actilait et Adria Normandie, afin d'apporter aux acteurs de la filière agroalimentaire une expertise renforcée et une portée internationale.

## Une offre structurée autour de 6 pôles de compétence













Une équipe pluridisciplinaire de 180 collaborateurs

www.actalia.eu

Qualifié ITAI par le Ministère de l'agriculture, de l'agroalimentaire et de la forêt, ACTALIA est ainsi reconnu pour sa mission d'intérêt général et ses compétences techniques

