

Les analyses laitières au Département Qualité Section chimie analytique et technologie

Dr J. Laloux

Les analyses laitières : une tradition au CRA-W depuis 1900

Composition du lait

Analyses de référence MG, MAT, MS (accr.) et autres

Profils en acides gras : GC

Profils en acides gras ... (insaturés, CLA, accr.) triglycérides...

Qualité du lait

Substances inhibitrices (accr.) désinfectants, filtration

Microbiologie

Germes totaux (accr.) et Coliformes...



**«Les solutions NIR et MIR
dans le domaine laitier »
Gembloux, le 05 octobre 2006**

Laboratoire de détermination de la composition du lait



Produits analysés :

- Lait entier
- Lait demi écrémé et écrémé
- Lait concentré
- Crème
- Beurre
- Poudre de lait
- Fromage

Analyses :

- Matière grasse (Röse-Gottlieb)
- Protéine (Kjeldahl)
- Matière sèche
- Urée (pH-métrie différentielle)
- Lactose (pH-métrie différentielle)
- Acides gras libres (BDI)
- Cendres
- Profils en acides gras
- ... autres



Autres analyses

- ICP : dosage des minéraux (Ca, K, Se, ...)
dosage des métaux lourds (As, Pb, Cd, Hg, ...)
- HPLC : UPLC-MS-MS (antibiotiques, mycotoxines, ...)
- Méthode Dumas (appareil Leco) analyses d'azote (accr.)



Assurance qualité

Validation des méthodes utilisées,
formation du personnel et maintien de ses
compétences Cartes de contrôle...
vérifications...

Collaboration avec CECALAIT

Laboratoire expert : analyse des
ETG

**Précision des résultats et
compétence des techniciens-analystes**

Participation aux analyses interlaboratoires
Chaînes internationales d'analyses (essais d'aptitude)
Vérification du niveau des résultats (éch.certifiés)



Des analyses pour :

 **Les clients extérieurs**

 **La Guidance des laboratoires de routine**

 **Les collègues du CRA-W**



Guidance des laboratoires de routine

- Objectif
- un outil indispensable
- 3 étapes :
 - l'étalonnage,
 - le maintien de l'étalonnage
 - l'appréciation des résultats obtenus



La guidance scientifique des laboratoires de routine

- Base légale
- Belgique et Grand Duché de Luxembourg
- Contrôle du système par un organisme indépendant
- Financement



La guidance scientifique des laboratoires de routine

Composition du lait

1. Etalonnage

- But
- Origine du lait
- Méthode
- Résultats de référence
- Fréquence
- 10 échantillons



03 06 Gamme belge MATIERE GRASSE - VET

21 mars 2006

app 2 - Battice FOS 9 - 6000/5								RG
éch.	rés. 1	rés. 2	rés. 3	moy	écart-type	SCE	d.l.	%m/v
1	3,02	3,03	3,04	3,030	0,010	0,000200	2	3,020
2	3,36	3,36	3,36	3,360	0,000	0,000000	2	3,360
3	3,26	3,26	3,26	3,260	0,000	0,000000	2	3,260
4	3,90	3,90	3,91	3,903	0,006	0,000067	2	3,890
5	4,28	4,28	4,29	4,283	0,006	0,000067	2	4,260
6	4,09	4,10	4,13	4,107	0,021	0,000867	2	4,110
7	4,84	4,84	4,88	4,853	0,023	0,001067	2	4,830
8	5,16	5,16	5,20	5,173	0,023	0,001067	2	5,150
9	4,87	4,84	4,89	4,867	0,025	0,001267	2	4,870
10	4,66	4,65	4,68	4,663	0,015	0,000467	2	4,660

IR-F _{NaCl}	0,16	0,14	0,15	0,15	0,010
----------------------	------	------	------	-------------	-------

 répétabilité (entre résultats en multiple) : écart-type $s_r = 0,016$ amplitude $r = 0,045$

 droite de régression RG = a + b * MIR $s_{y,x} = 0,011$
 0,014 **0,9944**

 REF_{NaCl} après calibration = **0,16** % RG

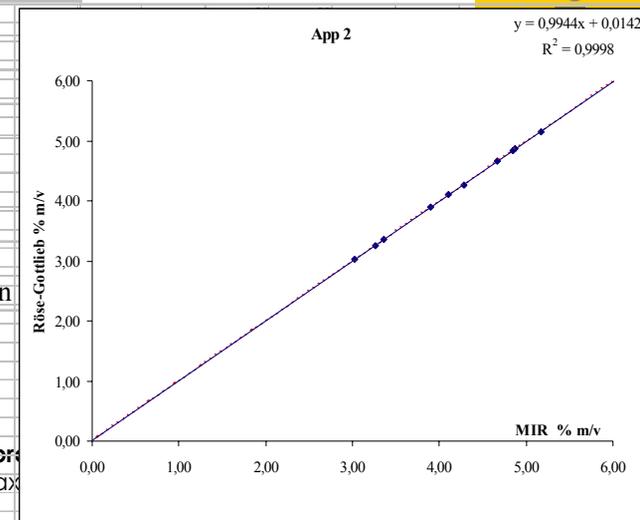
Röse-Gottlieb : méthode de référence Röse-Gottlieb

 s_r et r : écart-type et intervalle de répétabilité des résultats en multiple

slope : pente de la droite de régression entre résultats (X) et valeurs REF (Y)

intercept : intercept de la droite de régression linéaire

 $s_{y,x}$: écart-type résiduel de la droite de régression entre résultats (X) et valeurs REF (Y)

REF_{NaCl} : valeur MAT REF à conférer à la solution saline à proximité de zéro, après recalibration


La guidance scientifique des laboratoires de routine



Composition du lait

2. Echantillon de référence hebdomadaire

- Origine du lait
- Contrôle de ce lait
- Homogénéité des échantillons
- Nombre d'échantillons
- Fréquence
- Echantillons analysés par 5 laboratoires officiels
- Respect des exigences de répétabilité et de reproductibilité
- Maintien de l'étalonnage



RESUME ANALYSES INTER-LABORATOIRES

14 février 2006

Echantillons de référence :

sem 7

% m/m matière grasse selon Röse-Gottlieb FIL 1D : 1996

identité	résultats		amplitude	moyenne	moy - MED	moy - MOY
laboratoire	1	2	1 - 2	(moy)		

éch. de réf. belge masse volumique (facteur convenu) : 1.0290

1. DVK Melle	4.376	4.360	0.016	4.368	0.000	0.002
2. DQPA Gx	4.381	4.380	0.001	4.381	0.012	0.015
3. FAVV Melle	4.367	4.361	0.006	4.364	-0.004	-0.002
4. AFSCA Gx	4.350	4.333	0.017	4.342	-0.027	-0.024
5. ASTA	4.378	4.370	0.008	4.374	0.006	0.008

amplitude inter-labos observée = **0.039** norme : 0.045 **bon**

moyenne inter-laboratoires (MOY) = **4.366** conversion en %m/v : **4.492**

médiane inter-laboratoires (MED) = **4.368** conversion en %m/v : **4.495**

valeur éch. de réf. belge : **4.37** % m/m

 **4.49** % m/v

La guidance scientifique des laboratoires de routine



Composition du lait

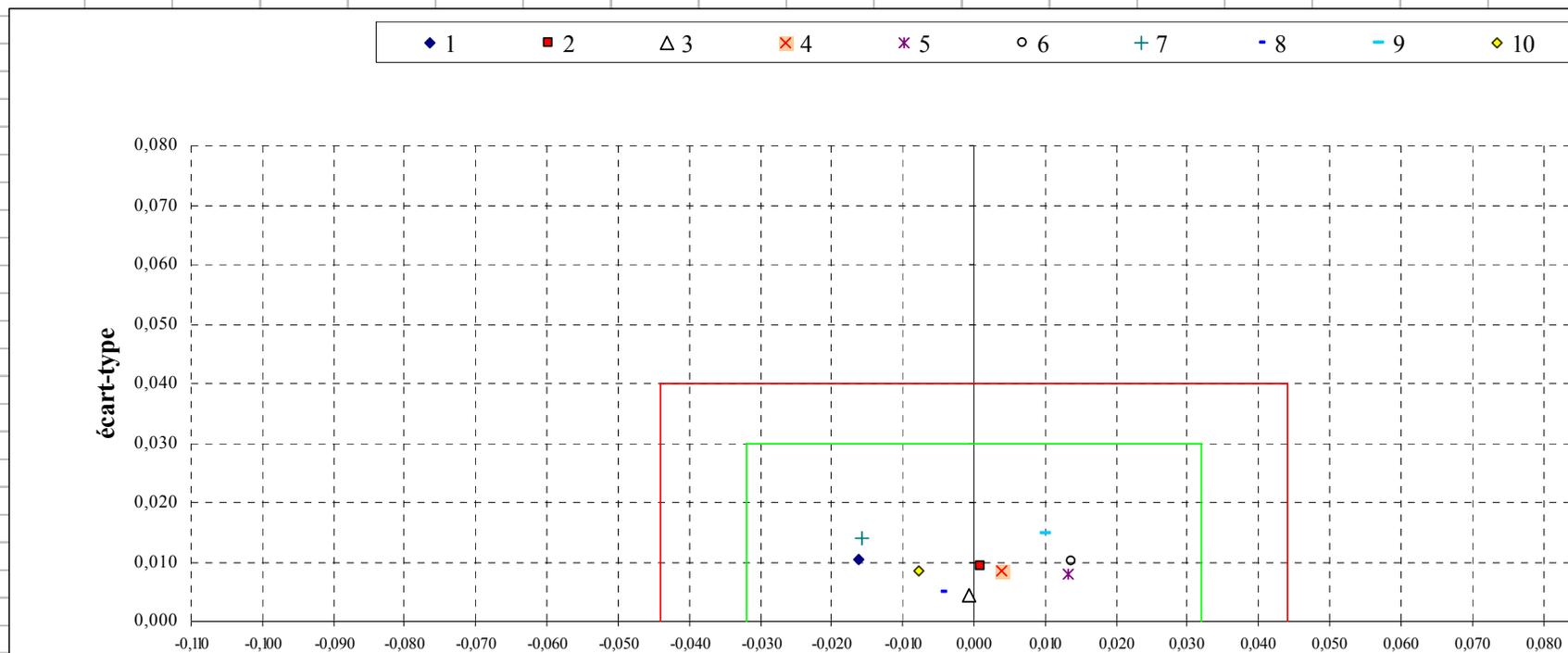
3. Analyses comparatives

- 9 échantillons en double aveugle
- Estimation mensuelle de la déviation moyenne de chaque appareil
- Ecart moyen/médiane
- Ecart-type des écarts
- Répétabilité : écart-type des résultats sur chaque échantillon



GUIDANCE OFFICIELLE BELGE - OFFICIELE BELGISCHE WETENSCHAPPELIJKE BEGELEIDING

app 1 à 10 : écarts moyens par rapport à la médiane [app 1 - 10] - afwijkingen t.o.v. de mediaanwaarden [app 1 -10]



La Guidance scientifique des laboratoires de routine



Qualité du lait

- *Germes totaux et Coliformes*
- *Cellules somatiques*
- *Point de congélation*
- *Substances inhibitrices*
- *Désinfectants*
- *Filtration*



Conclusions :

- Capacité analytique du Dép. Qualité
- *Guidance = exemple idéal à suivre par les utilisateurs de spectromètres NIR et MIR*



Merci pour votre attention !

