

# DISPOSITIONS QUALITE POUR LA PRODUCTION DE MATERIAUX DE REFERENCE SECONDAIRES SUR LE LAIT

*(Résumé de l'intervention de M. TROSSAT de CECALAIT lors de l'Assemblée Générale de CECALAIT)*

**P**our mériter leur nom et remplir leur rôle, les matériaux de référence secondaire (ou échantillons à teneur garantie : ETG) doivent avoir été réalisés selon un ensemble de dispositions qualité strictes. Dès le départ, le lait prélevé doit être de bonne qualité bactériologique et préservé de toute altération physique. Lors du prétraitement du lait, les transferts par soutirage et les séparations par micro- ou ultra-filtration ont le même souci d'éviter l'altération du produit. La mise en flacons qui se fait sans à-coup, sans incorporation d'air respecte ce même principe grâce à un matériel adapté qui permet de plus de suivre le processus à tout moment. La détermination des valeurs de référence dépend du croisement de multiples résultats : résultats internes avec plusieurs opérateurs et/ou répétitions, résultats d'autres laboratoires, participation à des essais interlaboratoires, contrôles instrumentaux....L'expédition des ETG, enfin a lieu dans les meilleures conditions de protection et de rapidité.

**L**a production de matériaux de référence secondaire sur le lait, ou échantillons à teneur garantie (ETG) constitue l'un des deux volets majeurs de l'activité de CECALAIT. Ils se divisent :

- ♦ en ETG destinés au calibrage ou au précalibrage, à savoir les ETG « protéines - Noir Amido », « cellules somatiques », « lipolyse selon la méthode aux savons de cuivre - MSC- » et « moyen infra-rouge » ;
- ♦ en ETG destinés au contrôle de méthodes, à savoir les ETG « matière grasse Gerber », « matière grasse extraction », « azote », « cryoscopie », « matière sèche » et « lipolyse par la méthode BDI ».

Une utilisation en toute fiabilité de ces matériaux leur impose d'être d'une qualité infaillible. C'est pourquoi ils sont soumis à un ensemble de dispositions qualité très strict pendant toutes les phases de leur réalisation.

On peut décomposer celle-ci en quatre grandes étapes :

- ♦ le prélèvement du lait et son prétraitement
- ♦ la mise en flacons et les contrôles afférents
- ♦ la détermination des valeurs de référence
- ♦ l'expédition des ETG finis.

## PRELEVEMENT ET PRETRAITEMENT DU LAIT

Le lait doit être de qualité dès le départ. Il est donc de bonne qualité bactériologique, d'une part, et d'autre part il ne doit avoir subi aucun traitement physique, susceptible de l'altérer, par exemple le pompage, le refroidissement, le réchauffage... Dans la pratique, il s'agira donc toujours de lait de petit mélange, d'une seule traite, non refroidi et prélevé directement à la fromagerie.

De même, le prétraitement ne doit pas altérer le lait ou ses composants. Un matériel adapté permet donc de procéder aux opérations de transfert par soutirage; puis de séparer les constituants par micro- ou ultra-filtration. Ainsi, par exemple, les ETG « cellules somatiques » sont réalisés à partir de rétentat, de filtrat de microfiltration et de crème (toujours à partir d'un lait de petit mélange). L'étape de microfiltration utilise une pompe à

membranes, non destructive, et des membranes filtrantes organiques sélectionnées pour leurs constituants et leur porosité.

Après avoir effectué les étapes de concentration puis les mélanges nécessaires, arrive l'étape de la mise en flacons.

## DISTRIBUTION EN FLACONS

Les principes directeurs en sont encore d'éviter toute altération, mais aussi de se donner les moyens de suivre l'ensemble de l'étape.

C'est pourquoi les mélanges sont distribués sans interruption, de façon régulière, sous agitation magnétique constante, et en l'absence de toute incorporation d'air, par soutirage naturel par gravité.

Le matériel nécessaire : flacons, barreaux, cannes, tuyaux de soutirage... est bien sûr de taille et de dimensions adaptées. De plus, les flacons de mélange en verre permettent de vérifier la régularité de l'agitation et de contrôler visuellement l'aspect du lait sur les parois. Enfin les flacons d'échantillon, étanches et robustes, sont remplis au maximum afin d'éviter toute altération pendant leur transport.

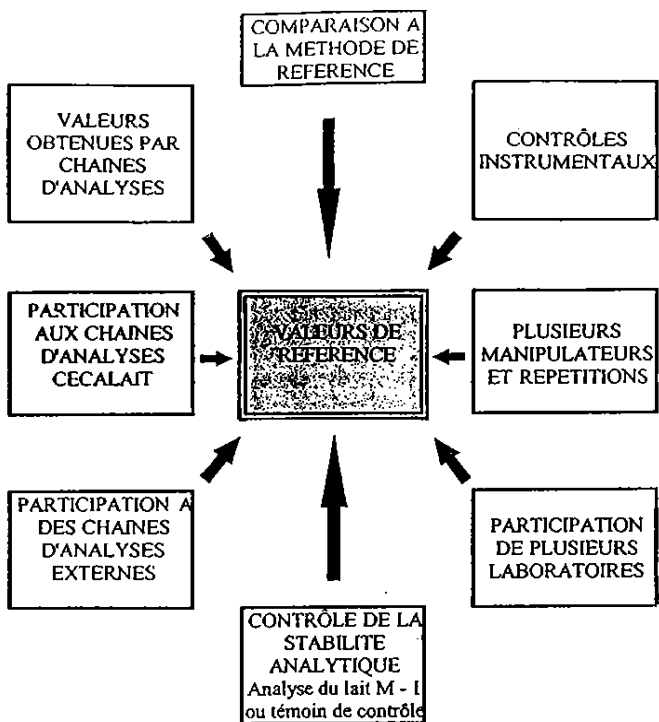
## → CONTROLES

Des tests d'homogénéité sur analyseurs infra-rouge permettent de contrôler cette phase de distribution. C'est notamment le cas pour les ETG « Gerber » et « Matière sèche » où 10% des flacons sont analysés en double et contrôlés sur le critère matière grasse.

## DETERMINATION DES VALEURS DE REFERENCE

C'est évidemment le point clé, qui obéit au schéma ci-après.

Les rubriques « plusieurs manipulateurs et répétitions », et « participation aux chaînes d'analyse CECALAIT » concernent tous les ETG. Il en est de même pour la rubrique « contrôle de la stabilité analytique », à l'exception des ETG « cellules somatiques ». Les possibilités supplémentaires de détermination des valeurs de référence s'appliquent selon les cas, à un ou quelques ETG.



Ainsi les valeurs de référence des ETG « matière sèche » sont, à l'heure actuelle, définies et garanties en :

- ♦ faisant déterminer la teneur en matière sèche selon la méthode normalisée, à un opérateur de CECALAIT sur 8 flacons, avec 2 répétitions,
- ♦ faisant faire la même détermination à un opérateur du LCHA sur 4 flacons, avec 1 répétition,
- ♦ en dosant conjointement le lait du mois et le lait du mois précédent (lait M et lait M -1), selon la méthode normalisée, par un opérateur de CECALAIT sur 2 flacons et 2 répétitions.
- ♦ participant systématiquement aux chaînes nationales et internationales de CECALAIT

En ce qui concerne les ETG « cellules somatiques », la procédure est un peu plus longue, puisqu'elle comprend :

- ♦ un comptage optique des laits sur 8 laits, avec 2 opérateurs et 2 répétitions,
- ♦ un contrôle instrumental sur 4 appareils automatiques à CECALAIT et dans des laboratoires interprofessionnels et/ou de contrôle laitier,
- ♦ un suivi mensuel des modifications de calibration.
- ♦ un traitement mathématique sur les 9 points de la gamme, à l'aide d'une régression linéaire forcée par 0,
- ♦ la participation systématique chaînes nationales et internationales de CECALAIT,
- ♦ la participation régulière à d'autres chaînes internationales (KIEL),

### EXPEDITION DES COLIS

C'est la dernière étape où il faut s'assurer de l'exactitude du contenu des colis et de leur arrivée rapide à bon port et en bon état.

Les ETG sont donc disposés dans un contenant adapté, en taille et en solidité, bien rempli afin qu'ils ne puissent bouger. Ils sont protégés, si nécessaire, par de la glace. Dans le cadre des abonnements, le contenu de chaque colis est vérifié précisément grâce à des grilles de comptage préétablies. Ceci n'exclut toutefois pas la possibilité de commandes ponctuelles avec départ au jour même.

Enfin la livraison rapide, avant 12h le lendemain en France, est garantie par l'utilisation du service CHRONOPOST.

Dans certains cas, comme les ETG « cellules somatiques », par exemple, la bonne conservation des échantillons est régulièrement vérifiée dans les locaux de CECALAIT.

Il est clair que le respect scrupuleux de l'ensemble de ces dispositions permet seul de garantir une utilisation fiable et profitable aux laboratoires utilisateurs.