

Annexe Avis SciCom 13-2015

norme ISO 8196-3:2009 Lait - Définition et évaluation de la précision globale des méthodes alternatives d'analyse du lait - Partie 3 : Protocole pour l'évaluation et la validation des méthodes quantitatives alternatives d'analyse du lait

phase I réaliser un protocole de validation sur base d'une étude comparative de la méthode alternative avec une méthode de référence

phase II consiste en une étude de confirmation des résultats en condition d'analyse de routine

norme ISO 13366-1:2008 Lait - Dénombrement des cellules somatiques - Partie 1: Méthode au microscope (Méthode de référence)

Appareil	SomaScope Smart / SomaScope LFC (automatique)	LactoScope FTIR™ Advanced	CombiScope FTIR 600/300 Hp (LactoScope 600 + Somascope LFC 600)
Evaluateur phase I	ACTILAIT - CECALAIT	ACTILAIT - CECALAIT	ACTILAIT - CECALAIT
Evaluateur phase II	A.I.A.		
Consommable	Solution nettoyage classique Transporteur (carrier) Colorant → consommables peu nombreux et courants, maintenance minimale.	Solution nettoyage classique Solution zéro classique → consommables peu nombreux et courants	Solution nettoyage classique Solution zéro classique → consommables peu nombreux et courants
Paramètres testés	Nombre de cellules somatiques	Matière grasse (MG) Protéine (P) Matière sèche (MS) Point de congélation (PC)	Matière grasse (MG) Protéine (P) Matière sèche (MS) Urée (U) Point de congélation (PC) Nombre de cellules somatiques
Matrice	Lait cru de vache à trois niveau de nombre de cellules 0-300*10 ³ c/ml 301-450*10 ³ c/ml 451-750*10 ³ c/ml 751-1500*10 ³ c/ml Lait de troupeau de chèvre (uniquement répétabilité et justesse). Lait de troupeau de brebis (uniquement répétabilité et justesse).	Lait de vache de troupeau et individuel à 4 niveaux de teneurs en MG et P.	Lait cru de vache de troupeau et individuel à 4 niveaux de teneurs en MG et P. Lait de troupeau de chèvre (uniquement répétabilité et justesse). Lait de troupeau de brebis (uniquement répétabilité et justesse).
Stabilité	S_R ≤ 5% OK ISO 8196-3/FIL 128-3. '+/- 10% par rapport à la méthode de référence. Le lait UHT demande un ajustement (pas de lait UHT en matériel de référence) comme le lait glacé de 5% à 10% d'ajustement max (différence moyenne relative).		Mode automatique 600 échantillons/heure. S_R (MG, P, U) < limite (ISO 8196-3/FIL 128-3). S_R (PC) < 3,6°C CNIEL PROC CR IR 04 handbook.
Contamination entre échantillons	Tc ≤ 2% CNIEL PROC CR 04 handbook. Conforme annexe B ISO 8196-3 pour la fidélité journalière.		Mode automatique 600 échantillons/heure. Séquence Lait-Lait-Eau-Eau-Lait-Lait. Tc (MG, P) < 1% (ISO 8196-3/FIL 128-3). Tc (PC) < 2% (limite CNIEL PROC CR IR 06 handbook).

<p>Linéarité</p>	<p>Testée à haute (H) et basse (L) teneur en cellules, en 5 proportions.</p> <p>$r = 0,44\% < 2\%$ limite requise ISO 13366-2:2006</p> <p>Ar/At = 2,4% > 2% ISO 8196-3/FIL 128-3. Résultat non conforme (préparation complexe des échantillons en condition expérimentale), mais linéarité est satisfaisante dans l'échelle 0 à 2500.10³ cellules/ml. Préparation plus simple des échantillons en routine, avec linéarité conforme à ISO 13366-2:2006 et ISO 8196-3.</p>	<p>Norme ISO 9622-3/FIL 141 : $\leq 2\%$ S_r (MG, P) < 0,14 g/l limite requise ISO 9622-3/FIL 141 C:2000 et CNIEL PROC handbook.</p> <p>MG Ar/At_{0-60 g/l} = 0,4% < 2% (ISO 9622-3/FIL 141). Ar/At_{60-120 g/l} = 0,7% < 2% (ISO 9622-3/FIL 141). Satisfaisant pour taux de 0-120 g/l.</p> <p>P Ar/At_{0-120 g/l} = 0,3% < 2% (ISO 9622-3/FIL 141). Satisfaisant pour taux de 0-120 g/l.</p>	<p>Norme ISO 8196-3/FIL 128-3 : $\leq 2\%$ S_r (MG, P) < 0,14 g/l limite requise ISO 9622-3/FIL 141 C:2000 et CNIEL PROC handbook.</p> <p>MG Ar/At_{0-120 g/l} = 2,01% = 2% (ISO 8196-3/FIL 128-3). Ar/At_{0-100 g/l} = 1% < 2% (ISO 8196-3/FIL 128-3). Ar/At_{20-60 g/l} = 0,34% < 2% (ISO 8196-3/FIL 128-3).</p> <p>P Ar/At_{0-80 g/l} = 1% < 2% (ISO 8196-3/FIL 128-3). Ar/At_{20-40 g/l} = 0,53% < 2% (ISO 8196-3/FIL 128-3).</p>
<p>Etalonnage</p>	<p>Biais de la moyenne et la pente de régression : OK avec recommandation ISO 8196-3/FIL 128-3 et CNIEL PROC CE 04 handbook.</p>	<p>MG & P SI1_{MG} & SI3_{MG} $\leq 0,20$ g/l OK avec CNIEL/IR handbook. SI1_P & SI3_P $\leq 0,15$ g/l OK avec CNIEL/IR handbook. SI très satisfaisant.</p> <p>MS SI1_{MS} & SI3_{MS} = 0,53 g/l pas de valeur ISO de référence.</p> <p>Seules les calibrations MLR (régression multilinéaire) ont été testées. Généralement PLS utilisée en Belgique. Mais résultats généralement équivalents.</p> <p>MG CECALAIT : méthode acido-butirique de Gerber selon NF V 04-2010 (essai en simple). Méthode usuelle en Belgique : méthode gravimétrique ISO 1211FIL 1.</p> <p>P CECALAIT : méthode Noir Amido selon NF V 04-216 (essai en double) Méthode usuelle en Belgique : méthode de la matière azotée totale Kjeldahl ISO-FIL 8968- FIL 20-1.</p>	<p>Procédure d'évaluation sur matériel de référence IR "high" et "median".</p> <p>Modèle d'équation utilisé MLR ou PLS non précisé.</p> <p>Median MG & P SI1_{MG} & SI3_{MG} $\leq 0,25$ g/l OK avec CNIEL PROC IR 06 handbook. SI1_P & SI3_P $\leq 0,15$ g/l OK avec CNIEL PROC IR 06 handbook. biais de la moyenne et la pente de régression : OK avec recommandation ISO 8196-3/FIL 128-3.</p> <p>High MG & P : SI1_{MG} & SI3_{MG} $\leq 0,50$ g/l OK avec CNIEL PROC IR 06 handbook biais de la moyenne et la pente de régression : OK recommandation ISO 8196-3/FIL 128-3.</p> <p>SI1_P & SI3_P $\leq 0,30$ g/l OK avec CNIEL PROC IR 06 handbook. biais de la moyenne et la pente de régression : > recommandation ISO 8196-3/FIL 128-3 (défaut ajustage lais de zones).</p> <p>MG CECALAIT : méthode acido-butirique de Gerber selon NF V 04-2010 (essai en simple). Méthode usuelle en Belgique : méthode gravimétrique ISO 1211FIL 1.</p> <p>P CECALAIT : méthode Noir Amido selon NF V 04-216 (essai en double) Méthode usuelle en Belgique : méthode de la matière azotée totale Kjeldahl ISO-FIL 8968- FIL 20-1.</p>

Répétabilité	<p>Lait de troupeau de vache</p> <p>Teneur générale et moyenne $S_{r\%} < 4\%$ limite requise ISO 13366-2:2006 et ISO 8196-3/FIL 128-3 $\leq 6\%$ CNIEL PROC CE 04 handbook.</p> <p>Condition expérimentale : > 100.000 c/ml : répétabilité conforme annexe B ISO 8196-3. < 100.000 c/ml : répétabilité = $9,4\% > 8\%$ → répétabilité non conforme annexe B ISO 8196-3, mais aussi observé avec d'autres photomètres usuels.</p>	<p>Lait cru de troupeau de vache</p> <p>$S_{r(MG, P)} \leq 0,14$ g/l OK ISO 9622-3/FIL 141 C:2000 & OK CNIEL/IR handbook. OK Manuel CNIEL/IE OK protocole guidance belge</p> <p>$S_{r(PC)}$ pas de valeur ISO de référence ≤ 2 m°C OK limite CNIEL/IR handbook. OK critères guidance belge 1,09 m°C.</p> <p>$S_{r(MS)}$ pas de norme, mais $\leq 0,26$ g/l limite requise ISO 6731/FIL 21:2010.</p>	<p>Lait cru de troupeau de vache</p> <p>$S_{r(MG, P)} \leq 0,14$ g/l OK ISO 8196-3/FIL 128-3 OK CNIEL PROC IR 06 handbook OK Manuel CNIEL/IE OK protocole guidance belge</p> <p>$S_{r(PC)}$ pas de valeur ISO de référence ≤ 2 m°C OK limite CNIEL PROC CR IR 06 handbook OK critères guidance belge 1,09 m°C.</p> <p>$S_{r(MS)}$ pas de norme, mais $\leq 0,036$ g/l limite requise ISO 6731/FIL 21:2010.</p>
	<p>Lait individuel de vache</p> <p>Teneur générale $S_{r\%} > 4\%$ limite requise ISO 13366-2:2006 et ISO 8196-3/FIL 128-3 $> 6\%$ CNIEL PROC CE 04 handbook. Car beaucoup de résultats en teneur basse.</p> <p>Echelle 101 à 1000.10³ cellules/ml Mais déviation standard relative satisfaisante dans l'échelle 101 à 1000.10³ cellules/ml. $S_{r\%} < 4\%$ limite requise ISO 13366-2:2006 et ISO 8196-3/FIL 128-3</p>		<p>Lait cru individuel de vache</p> <p>$S_{r(MG, P)} \leq 0,14$ g/l OK ISO 8196-3/FIL 128-3 & OK CNIEL PROC IR 06 handbook OK protocole guidance belge.</p> <p>$S_{r(PC)}$ pas de valeur ISO de référence ≤ 2 m°C OK limite CNIEL PROC CR IR 06 handbook OK critères guidance belge 1,09 m°C.</p> <p>$S_{r(MS)}$ pas de norme, mais $\leq 0,036$ g/l limite requise ISO 6731/FIL 21:2010.</p>
	<p>Lait de troupeau de chèvre</p> <p>$S_{r\%} \leq 4\%$ ISO 8196-3/FIL 128-3 et $\leq 3\%$ CNIEL PROC CE 04 handbook.</p> <p>! Pour les teneurs élevées 1001 à 2500.10³ c/ml</p> <p>$S_{r\%} > 2\%$ ISO 8196-3/FIL 128-3</p>		<p>Lait de troupeau de chèvre</p> <p>$S_{r(MG, P)} \leq 0,14$ g/l ISO 8196-3/FIL 128-3 et CNIEL PROC CR IR 06 handbook.</p> <p>$S_{r(PC)}$ pas de valeur ISO de référence ≤ 2 m°C CNIEL PROC CR IR 06 handbook.</p> <p>MS non évaluée.</p>
	<p>Lait de troupeau de brebis</p> <p>$S_{r\%} \leq 4\%$ ISO 8196-3/FIL 128-3 et $\leq 3\%$ CNIEL PROC CE 04 handbook.</p>		<p>Lait de troupeau de brebis</p> <p>$S_{r(MG, P)} \leq 0,29$ g/l ISO 8196-3/FIL 128-3 et CNIEL PROC CR IR 06 handbook.</p> <p>$S_{r\%(MG, P)} \leq 0,35\%$ ISO 8196-3/FIL 128-3 et CNIEL PROC CR IR 06 handbook.</p> <p>$S_{r(PC)}$ pas de valeur ISO de référence ≤ 3 m°C CNIEL PROC CR IR 06 handbook.</p>

Justesse	<p><u>Lait de troupeau de vache</u></p> <p>$S_{y,x} \% \leq 10$ % conforme ISO 8196-3/FIL 128-3 Pente de régression et intersection non significativement différentes de respectivement 1 et 0.</p> <p>'+/- 10% par rapport à la méthode de référence.</p> <p>Le lait UHT demande un ajustement (pas de lait UHT en matériel de référence) comme le lait glacé de 5% à 10% d'ajustement max (différence moyenne relative).</p>	<p><u>Lait cru de troupeau de vache</u></p> <p>MG Moyenne et écart-type partiellement OK ISO 9622-3/FIL 141 C:2000, avec échantillon non standard, Pente de régression non significativement différente de 1. Mais intersection significativement différente de 0. Moyenne et écart-type des écarts en accord avec ISO 9622-3/FIL 141, mais tout juste en accord avec norme ISO 8196-3:2010.</p> <p>P Moyenne et écart-type OK ISO 9622-3/FIL 141 C:2000 Pente de régression non significativement différente de 1. Mais intersection significativement différente de 0. Moyenne et écart-type des écarts en accord avec ISO 9622-3/FIL 141 et la norme ISO 8196-3:2010.</p> <p>PC $S_{y,x} = 2,6$ m°C. Pas de norme. Mais pente de régression et intersection significativement différents de respectivement 1 et 0. Cause : absence de calibration précise préalable sur des échantillons représentatifs.</p> <p>MS $S_{y,x} = 0,348$ g/l. Pas de norme. Mais pente de régression et intersection significativement différents de respectivement 1 et 0.</p>	<p><u>Lait cru de troupeau de vache</u></p> <p>MG $S_{y,x} \leq 0,72$ g/l conforme ISO 8196-3/FIL 128-3 Mais pente de régression et intersection significativement différentes de respectivement 1 et 0.</p> <p>P $S_{y,x} \leq 0,72$ g/l conforme ISO 8196-3/FIL 128-3 Pente de régression et intersection non significativement différentes de respectivement 1 et 0.</p> <p>PC $S_{y,x} = 2,8$ m°C. Pas de norme. Mais pente de régression et intersection significativement différents de respectivement 1 et 0.</p> <p>MS $S_{y,x} = 0,043$ g/100g. Pas de norme. Pente de régression non significativement différente de 1. Mais intersection significativement différente de 0.</p>
	<p><u>Lait individuel de vache</u></p> <p>$S_{y,x} \% \leq 4$ % conforme ISO 8196-3/FIL 128-3 et Pente de régression et intersection non significativement différentes de respectivement 1 et 0.</p>		<p><u>Lait individuel de vache</u></p> <p>MG $S_{y,x} \leq 1,03$ g/l conforme ISO 8196-3/FIL 128-3 Pente de régression non significativement différente de 1. Mais intersection significativement différente de 0.</p> <p>P $S_{y,x} \leq 1,03$ g/l conforme ISO 8196-3/FIL 128-3 Pente de régression et intersection non significativement différentes de respectivement 1 et 0.</p> <p>U $S_{y,x} \leq 61,8$ g/l conforme ISO 8196-3/FIL 128-3. Pente de régression non significativement différente de 1. Mais intersection significativement différente de 0.</p>

<p><u>Lait de troupeau de chèvre</u></p> <p>$S_{y,x} \% \leq 10$ % conforme ISO 8196-3/FIL 128-3 Pente de régression et intersection non significativement différentes de respectivement 1 et 0.</p>		<p><u>Lait de troupeau de chèvre</u></p> <p>MG $S_{y,x} \leq 0,72$ g/l conforme ISO 8196-3/FIL 128-3. Mais pente de régression et intersection significativement différentes de respectivement 1 et 0.</p> <p>P $S_{y,x} \leq 0,72$ g/l conforme ISO 8196-3/FIL 128-3. Mais pente de régression significativement différente de 1. Intersection non significativement différente de 0.</p> <p>PC $S_{y,x} = 3,5$ m°C. Pas de norme. Mais pente de régression et intersection significativement différentes de respectivement 1 et 0.</p> <p>MS /</p>
<p><u>Lait de troupeau de brebis</u></p> <p>$S_{y,x} \% \leq 10$ % conforme ISO 8196-3/FIL 128-3 Mais pente de régression significativement différentes de 1. Intersection non significativement différentes de 0.</p>		<p><u>Lait de troupeau de brebis</u></p> <p>MG $S_{y,x} \leq 1,45$ g/l conforme ISO 8196-3/FIL 128-3. $S_{y,x} \% \leq 1,75$% conforme ISO 8196-3/FIL 128-3. Pente de régression et intersection non significativement différentes de respectivement 1 et 0.</p> <p>P $S_{y,x} \leq 1,45$ g/l conforme ISO 8196-3/FIL 128-3. $S_{y,x} \% \leq 2,0$ % conforme ISO 8196-3/FIL 128-3. Mais pente de régression et intersection significativement différentes de respectivement 1 et 0.</p> <p>PC $S_{y,x} = 5,4$ m°C. Pas de norme. Mais pente de régression et intersection significativement différents de respectivement 1 et 0.</p> <p>MS /</p>